

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

Zjemňování zrna u slitin na bázi Mg procesem ECAP
Grain Refinement Mg Alloys by ECAP Process

Student: Ondřej Hilšer
Vedoucí bakalářské práce: prof. Ing. Stanislav Rusz, CSc.

Ostrava 2012

Zadání bakalářské práce

Student: **Ondřej Hilšer**
Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie
Téma: Zjemňování zrna u slitin na bázi Mg procesem ECAP
Grain Refinement Mg Alloys by ECAP Process

Zásady pro vypracování:

- 1) Proveďte rešerši současných trendů vývoje technologií výroby velmi jemnozrnných (UFG) materiálů.
- 2) Analyzujte poznatky dosažené při zjemňování struktury u slitin na bázi Mg.
- 3) Proveďte protlačování slitiny AZ31 a WE 43 procesem ECAP s novou geometrií nástroje.
- 4) Analyzujte vliv počtu průchodů na rozložení tvrdosti v podélném a příčném směru u obou slitin.
- 5) Proveďte analýzu struktury u protlačovaných vzorků.
- 6) Proveďte celkové vyhodnocení dosažených výsledků.

Seznam doporučené odborné literatury:

- 1) MCKENZIE, P. W. J., LAPOVOK, R. ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 2: Mechanical properties and texture, *Acta Materialia*, 58 (2010), p. 3212-3222
- 2) MORISHIGE, T., HIRATA, T., UESUGI, T., TAKIGAWA, Y., TSUJIKAWA, M. and HIGASHIA, K. Effect of Mg content on the minimum grain size of Al-Mg alloys obtained by friction stir processing, *Scripta Materialia*, 64 (2011), p. 355-358
- 3) YANG, Y.Q., LIA, B.C. and ZHANG, Z.M., Flow stress of wrought magnesium alloys during hot compression deformation at medium and high temperatures, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 499, Issues 1-2, 2009, p. 238-241
- 4) ZHENG, L.J., CHEN, C.Q., ZHOU, T.T. LIU, P.Y. and ZENG, M.G. Structure and properties of ultrafine-grained Al-Zn-Mg-Cu and Al-Cu-Mg-Mn alloys fabricated by ECA pressing combined with thermal treatment, *Materials Characterization*, 49 (2003), p. 455-461

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí bakalářské práce: **prof. Ing. Stanislav Ruz, CSc.**

Datum zadání: 16.12.2011

Datum odevzdání: 21.05.2012


prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry

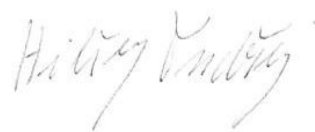



prof. Ing. Radim Farana, CSc.
děkan fakulty

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě: 21.5.2012

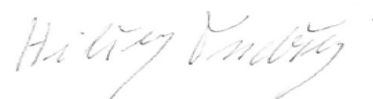


.....
Podpis studenta

Prohlašuji, že

- jsem byl seznámen s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- беру на ве́доміі, же Высoкá škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB-TUO“) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že bakalářská práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на ве́доміі, же odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě: 21.5.2012



.....
podpis

Jméno a příjmení autora práce:
Adresa trvalého pobytu autora práce:

Ondřej Hilšer
Libušina 38, Olomouc

ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

HILŠER, O. *Zjemňování zrna u slitin na bázi Mg procesem ECAP: bakalářská práce.* Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2012, 59 s. Vedoucí práce: Ruzs, S.

Bakalářská práce se zabývá technologií přípravy materiálů s velmi jemnozrnnou strukturou dosaženou pomocí extrémní plastické deformace technologií ECAP. V práci byl proveden rozbor stávajících technologií přípravy jemnozrnné struktury. V praktické části bylo provedeno měření tvrdosti na vzorcích dvou hořčíkových slitin a to AZ31 a WE43. Jednotlivé výsledky a schémata měření tvrdosti jsou uvedeny v této práci. Obě hořčíkové slitiny byly experimentálně podrobeny procesu zjemnění zrna extrémní plastickou deformací. Ze vzorků odebraných po procesu zjemňování zrna byla zhotovena expozice výsledné struktury. Všechny dosažené hodnoty jsou uvedeny v textu práce a výsledky jsou dále podrobně rozebrány v závěru práce.

ANNOTATION OF BACHELOR'S THESIS

HILŠER, O. *Grain Refinement Mg Alloys by ECAP Process: Bachelor Thesis.* Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2012, 59 p. Thesis head: Ruzs, S.

This bachelor thesis deals with the technology of preparation materials with very fine grain structure achieved through extreme plastic deformation of the ECAP technology. The thesis was carried out analysis of existing technologies for the preparation fine grained structure. In the practical part were taken measurements of the hardness on the two samples of magnesium alloys AZ31 and WE43. The individual results and schemes hardness measurements are shown in this thesis. Both magnesium alloys have been experimentally subjected to grain refinement process of extreme plastic deformation. The samples taken after the grain refinement process has been made exposition resulting structure. All obtained values are given in the text of the thesis and the results are further discussed in conclusion.

OBSAH

SEZNAM POUŽITÝCH ZNAČEK A SYMBOLŮ.....	8
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK.....	9
ÚVOD	10
1 HOŘČÍK.....	11
1.1 Hořčíkové slitiny	12
1.2 Značení hořčíkových slitin	12
1.3 Slitina AZ31	14
1.4 Slitina WE43	14
2 PŘÍPRAVA UFG MATERIÁLŮ.....	15
2.1 Vícetupňové metody.....	16
2.2 Jednotupňové metody	16
3 PŘÍPRAVA UFG MATERIÁLŮ POMOCÍ SPD	17
3.1 Maloúhlové a velkoúhlové hranice zrn	17
3.2 Podstata plastické deformace	19
3.3 Základní mechanismy plastické deformace	20
3.3.1 Deformace dislokačním skluzem.....	20
3.3.2 Deformace dvojčatěním	21
3.3.3 Deformační pásy a vybočení (lomení) tzv. kink pásy.....	21
3.3.4 Difúze atomů	21
3.4 Mechanismy deformace ultrajemnozrnných materiálů	22
3.5 Základy zpevňování	22
3.5.1 Zpevňování hranicemi zrn.....	23
3.6 Zpevnění ultrajemnozrnných materiálů	23
4 PŘEHLED ZÁKLADNÍCH TECHNOLOGIÍ VYUŽÍVAJÍCÍ SPD.....	24
4.1 HPT – (High Pressure Torsion)	25
4.2 CEC – (Cyclic Extrusion Compression)	25
4.3 CCDC – (Cyclic Channel Die Compression)	26
4.4 CONFORM – (Continuous Extrusion Forming)	27
4.5 ARB – (Accumulative Roll Bonding).....	27
4.6 CGP – (Constrained Groove Pressing)	28
4.7 DCAP – (Dissimilar Channel Angular Pressing)	28
4.8 ECAP – (Equal Channel Angle Pressing)	29
5 POZNATKY ZÍSKANÉ PŘI ZJEMŇOVÁNÍ ZRNA MG SLITIN	32
6 MĚŘENÍ TVRDOSTI.....	33
6.1 Přehled základních metod měření tvrdosti	33
7 NOVÁ GEOMETRIE NÁSTROJE ECAP	35
7.1 Nástroj se zabudovanou šroubovicí 30°	36
7.2 Materiál použitý na výrobu nástroje	37

8	POPIS POUŽITÉHO EXPERIMENTÁLNÍHO VYBAVENÍ A EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL.....	38
8.1	Lis používaný na protlačování.....	38
8.2	Používané mazivo	38
8.3	Nástroje ECAP	39
8.4	Indukční pec pro ohřev vzorků.....	40
8.5	Použitý materiál a výroba vzorků pro protlačování.....	40
9	PROTLAČENÍ HOŘČÍKOVÝCH SLITIN AZ31 A WE43.....	41
9.1	Protlačení slitiny AZ31	41
9.2	Protlačení slitiny WE43	41
9.3	Křivky přetvárných odporů	42
10	MĚŘENÍ ROZLOŽENÍ TVRDOSTI.....	43
10.1	Vzorky pro měření tvrdosti a jejich označení.....	43
10.2	Navržení měřicí sítě pro zkoušení rozložení tvrdosti na vzorcích.....	44
10.3	Výsledky rozložení tvrdosti na studovaných slitinách ve výchozím stavu.....	44
10.4	Rozložení tvrdosti vzorků po protlačení - podélný a kolmý směr.....	46
10.5	Výsledné tvrdosti na vzorcích po 2. a 3. průchodu – kolmý směr.....	47
11	HODNOCENÍ DOSAŽENÉ STRUKTURY	49
	ZÁVĚR	56
	PODĚKOVÁNÍ.....	57
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	58

SEZNAM POUŽITÝCH ZNAČEK A SYMBOLŮ

Značka	Název	Jednotka
d	rozměr zrna	[nm]
F_n	síla působící ve směru normály	[N]
F_t	tangenciální složka síly	[N]
k	konstanta, pro uvolnění nahromaděných dislokací	[-]
L	délka tělesa po deformaci	[mm]
L_0	počáteční měřená délka	[mm]
$R_e = \sigma_y$	mez kluzu	[MPa]
R_1	vnitřní poloměr kanálku	[mm]
R_2	vnější poloměr kanálku	[mm]
S	plocha namáhaného průřezu	[mm ²]
v	rychlost posuvu	[mm/min]
Δh	deformace při protlačování	[mm]
ΔL	prosté prodloužení	[mm]
γ	úhel stoupání šroubovice kanálu ECAP	[°]
ε	poměrné prodloužení	[-]
$\bar{\varepsilon}$	skutečná (logaritmická) deformace	[-]
$\dot{\varepsilon}$	deformační rychlost	[s ⁻¹]
σ	normálové napětí v tělese	[MPa]
σ_0	napětí charakterizující odolnost k pohybu dislokací uvnitř zrna	[MPa]
σ_p	přetvárný odpor	[MPa]
τ	smykové napětí v tělese	[MPa]
τ_{KRIT}	kritická hodnota smykového napětí	[MPa]
ψ	úhel délky zaoblení přechodu	[°]
Φ	úhel přechodu dvou kanálků	[°]
T_p	teplota protlačování	[°C]

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

ARB	Accumulative Roll Bonding (kumulativní válcování)
CCDC	Cyclic Channel Die Compression (cyklické přechování v kanálu)
CEC	Cyclic Extrusion Compression (protlačování vzorku)
CGP	Constrained Groove Pressing (tvarové lisování)
CONFORM	Continuous Extrusion Forming
DCAP	Dissimilar Channel Angular Pressing (válcování + ECAP)
ECAP	Equal Channel Angular Pressing (protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem)
HPT	High Pressure Torsion (krut spojený s vysokým tlakem)
HV	Tvrдость dle Vickerse
TE	Twist Extrusion (protlačování s krutem)
SPD	Severe Plastic Deformation (extrémní plastická deformace)

ÚVOD

V dnešní době, kdy se v celé průmyslové výrobě musí brát ohled především na její ekonomickou stránku, stávají se předmětem výzkumu a vývoje dosud nekonvenční metody výroby. Současný trend výzkumu materiálů bere zřetel především na jejich snížení hmotnosti, to vede k zlepšení především ekologičnosti výroby, která je v současnosti rovněž velmi probíranou stránkou celého výrobního procesu nejen ve strojírenství.

Vzhledem k výše uvedeným faktům se současný výzkum ubírá cestou vývoje materiálů s velmi jemnozrnnou strukturou, tzv. UFG materiálů (ultrafine-grained). Tyto materiály mohou do budoucnosti nahradit konvenčně používané materiály. Využívá se především materiálů na bázi slitin neželezných kovů, jako jsou například hliník nebo hořčík. Nespornou výhodou těchto materiálů je především jejich velký výskyt v přírodě a tudíž následné malé zatížení ekologie, a vzhledem k velkému výskytu také přijatelné ekonomické náklady spojené s nákupem surovin a zpracování těchto kovů na materiál se strukturou a vlastnostmi potřebnými pro náš účel.

Cíle práce

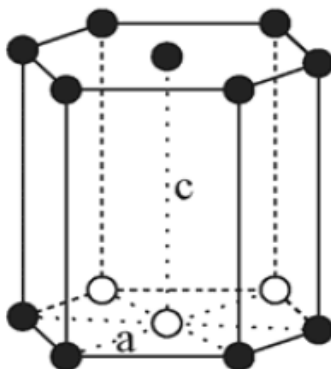
V mé bakalářské práci se zaměřím na:

- rozbor problematiky zjemňování zrna,
- rešerše technologií využívající SPD pro vývoj jemnozrnné struktury,
- vývoj technologie ECAP,
- provedení experimentálního protlačování dvou hořčíkových slitin AZ31 a WE43 technologií ECAP s novou geometrií nástroje,
- měření tvrdosti na vzorcích ve výchozím stavu bez tepelného zpracování,
- na vzorcích, které budou odebrány z protlačených slitin, bude provedeno experimentální vyhodnocení rozložení tvrdosti v podélném a kolmém řezu,
- podrobný výzkum tvrdosti bude realizován na vzorcích po 2. a 3. průchodu, kde můžeme očekávat největší rozvoj zjemnění struktury,
- celkové vyhodnocení tvrdosti,
- analýza struktury vzorků ve výchozím stavu a také na vzorcích odebraných ze slitin protlačených procesem ECAP.

1 HOŘČÍK

Hořčík můžeme najít všude kolem nás, je obsažen v mořské vodě a zhruba 2% v zemské kůře v podobě magnezitové rudy a jako dolomit (tj. uhličitán vápenato – hořečnatý $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$.) [1]. Hořčík je stříbrolesklý, lehký, na vzduchu stálý kov, je také nepolymorfní, krystalizující v těsné hexagonální mřížce (obr. 1), to se projevuje špatnou tvářecí schopností za normální teploty. Čistý hořčík je špatně odolný proti korozi, je také velmi reaktivní, tzn. snadno zápalný na vzduchu. Hořčík je používán v pyrotechnice, v hutnictví za účelem dezoxidace a jako očkovací přísada.

Jak již bylo uvedeno výše, je hořčík špatně tvárný, protože má jen jeden skluzový systém, který je typický pro hexagonální mřížku, to je také příčinou jeho anizotropních vlastností. Tvářitelnost se zlepšuje až se zvýšenou teplotou, teplota tváření se proto musí pohybovat nad teplotou cca. 225°C . Hodnoty některých fyzikálních vlastností jsou vedeny v tab. 1.



Obr. 1 - Hexagonální (šesterečná) mřížka [2].

Tab. 1 - Fyzikální vlastnosti čistého hořčíku [3].

Atomová hmotnost	24,31
Hustota (při 20°C)	1740 kg.m^{-3}
Teplota tavení	650°C
Teplota varu	1107°C
Skupenské teplo tání	372 kJ.kg^{-1}
Měrná tepelná kapacita (při 20°C)	$1,03 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Tepelná vodivost	$155 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Lineární tepelná roztažnost ($20\text{-}100^\circ\text{C}$)	$26.10^{-6} \text{ K}^{-1}$
Součinitel stahování při tuhnutí	4,2 %
Modul pružnosti v tahu	45 GPa
Modul pružnosti ve smyku	17 GPa

1.1 Hořčíkové slitiny

Jelikož samotný hořčík nemá dobré mechanické vlastnosti a samostatně je tedy málo využívaný, přidávají se k němu přísadové prvky, které mají za cíl vytvoření slitiny se zlepšenými vlastnostmi. K prvkům, které se používají s hořčíkem, řadíme nejčastěji Al, Zn, Mn nebo Si. Tyto prvky jsou nejčastěji používanými přísadovými prvky do hořčíkových slitin. Například hliník ve slitině zvýší její pevnost i tvrdost, hliník se také přidává, jelikož zlepšuje slévárenské vlastnosti a zmenšuje smrštivost při tuhnutí.

Nejběžnějším odvětvím, kde se můžeme setkat s Mg slitinami je především letecký, automobilový a vojenský průmysl. Jejich uplatnění je při snížení setrvačné síly vysokorychlostně se otáčejícího tělesa díky jejich nízké hmotnosti. Dnes se ovšem s hořčíkovými slitinami můžeme setkat i v běžném životě, např. v domácnosti jako součásti šicích strojů, sportovní potřeby, ruční náradí, jejich využití je také v elektronickém průmyslu, kde je jejich použití jako schránky na počítač a mobilní telefony.

Nevýhodou Mg slitin je prudký pokles pevnosti za zvýšených teplot, tato nevýhoda omezuje jejich použití při teplotě max. 120°C. S vyšším objemovým množstvím Al je nevýhodou její nízká odolnost proti creepu (tečení = při dlouhodobě zvýšených teplotách dochází v materiálu k nárůstu deformace při nezvýšeném napětí) [1].

1.2 Značení hořčíkových slitin

Hořčíkové slitiny lze dělit podle způsobu jejich zhotovení: tlakovým litím, volným litím, kováním, protlačováním, válcováním. Složení Mg slitin lze určit z názvu, který je tvořen písmeny a doplněn číselným označením. Hlavní legující prvky, které bývají použity v slitinách jsou uvedeny v tab.2, kde jsou uvedeny jejich zkratky.

Např. označení AZ91 označuje, že tato slitina je tvořena 9% hliníku (Al) a 1% zinku (Zn). Celkové složení je uvedeno v celých, zaokrouhlených číslech. Pro bližší upřesnění bývají za označením uvedena doplňková písmena jako např.: AZ91 A, B,E, kterými označujeme stupeň čistoty dané slitiny. Další informace, které se uvádějí za označením slitiny jako např. tepelné zpracování, oddělujeme pomlčkou za původním označením [3]. V tab.3 jsou uvedeny informace důležité pro označení hořčíkové slitiny.

Tab. 2 - Písemné označení legujících prvků použitých v Mg slitinách[3].

Označení	Použitý legující prvek
A	Hliník (Al)
C	Měď (Cu)
E	Kovy vzácných zemin (RE)
H	Thorium (Th)
K	Zirkonium (Zr)
L	Lithium (Li)
M	Mangan (Mn)
Q	Stříbro (Ag)
S	Křemík (Si)
W	Yttrium (Y)
Z	Zinek (Zn)
X	Vápník (Ca)
J	Stroncium (Sr)

Tab. 3 - Označení zpracování slitin[3].

<i>Hlavní rozdělení</i>	
F	Podle technologie výroby
O	Žíhaná rekrytalizovaná (jen kované produkty)
H	Deformačně zpevněné
T	Tepelně zpracované
W	Rozpouštěcí žíhání
<i>Podskupina H</i>	
H1, plus 1 nebo více číslic	Jen deformačně zpevněná slitina
H2, plus 1 nebo více číslic	Deformačně zpevněná a částečně žíhaná
H3, plus 1 nebo více číslic	Deformačně zpevněná a stabilizovaná
<i>Podskupina T</i>	
T1	Ochlazování a přirozené stárnutí
T2	Žíhání (jen produkty lité)
T3	Rozpouštěcí žíhání a deformace za studena
T4	Rozpouštěcí žíhání
T5	Ochlazení a umělé stárnutí
T6	Rozpouštěcí žíhání a umělé stárnutí
T7	Rozpouštěcí žíhání a stabilizace
T8	Rozpouštěcí žíhání, deformace za studena a umělé stárnutí
T9	Rozpouštěcí žíhání, umělé stárnutí a deformace za studena
T10	Ochlazení, umělé stárnutí a deformace za studena

1.3 Slitina AZ31

Slitina AZ je typickým příkladem hořčíkové slitiny. Slitiny s příměsí hliníku jsou v současné době jednou z nejrozšířenějších a nejpoužívanějších hořčíkových slitin. V prvním stupni je zpracován horký odlitek, poté následuje mechanické zpracování, aby byla rozrušena litá mikrostruktura a odlitek byl připraven pro další úkony jako např. homogenizaci nebo zjemnění zrna. Při zpracování slitin obsahující hliník záleží také na jeho obsahu, v literatuře je uvedeno, že slitiny s obsahem Al 9% jsou vhodné pro odlévání, slitiny s obsahem hliníku 3 – 6% jsou vhodné také pro tváření.

Pro kování a protlačování, tedy tvářecí operace jsou používány poměrně vysoké teploty. Slitina AZ31 je typickým příkladem slitiny připravené pomocí válcování. To probíhá při velmi krátkém kontaktu válců a válcovaného vzorku, z tohoto důvodu jsou deformační rychlosti poměrně veliké. Válce se obecně nemusejí přehřívat, ovšem teplota válcování se pohybuje v rozmezí 400 až 450°C.

Slitina AZ31 je tvořena přibližně 3% hliníku a 1% zinku. Hliník se využívá ve slitinách kvůli zlepšení antikorozních vlastností slitiny a má vliv na zpevnění tuhého roztoku. Hliník také snižuje míru smrštění při odlévání. Zinek je přidáván do slitiny z důvodu zlepšení pevnosti. V tab.4 je uvedeno chemické složení hořčíkové slitiny AZ31.

Tab. 4 – Chemické složení slitiny AZ31

Prvek	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Ni	Cu	Ostatní
[hm %]	2,5-3,5	0,7-1,3	0,2-1,0	max. 0,1	max. 0,005	max. 0,005	max. 0,05	max. 0,3

1.4 Slitina WE43

Slitiny označované WE, tedy slitiny, kde najdeme příměsí yttria a kovy vzácných zemin patří do produktů vyrobené volným litím, použití těchto slitin je převážně v leteckém průmyslu. Zjemnění zrna této slitiny je možné již při odlévání, a to přidáním zirkonu (Zr). Vylepšené hořčíkové slitiny WE43, které sice nedosahují odolnosti proti creepu, jako slitiny obsahující např. thorium, bývají uplatňovány pro aplikace do teploty 250°C [2].

Použitím yttria a vzácných kovů ve slitině docílíme zlepšených vlastností vůči tečení. V tab. 5 je uvedeno chemické složení Mg slitiny WE43.

Tab. 5 – Chemické složení slitiny WE43

Prvek	Zr	Zn	RE	Ag	Y
[hm %]	0,7		3,4		4,0

2 PŘÍPRAVA UFG MATERIÁLŮ

Díky formulaci Hall-Petchova vztahu, který byl zveřejněn začátkem padesátých let minulého století. Tento vztah vyvolal v průmyslu velký zájem o výzkum závislosti velikosti zrna na výsledných vlastnostech materiálů. Hall-Petchův vztah se ukázal vhodný nejen pro udávání vztahu mezi mezí kluzu a velikostí zrna (1.1) [4], ale ukázal se také vhodný pro popis mezi jinými faktory mechanických vlastností, např. pevností, tvrdostí, lomovým napětím při křehkém lomu a koeficientem deformačního zpevnění závislé právě na velikosti zrna.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (1.1)$$

Výzkum a vývoj jemnozrnných materiálů vedl k odhalování a dalšímu výzkumu nových vlastností materiálů, které vykazují jemnozrnnou strukturu, mezi tyto vlastnosti patří např.:

- Jemnozrnná struktura je nezbytnou součástí pro dosažení tzv. **superplastického stavu** [3].
- Při jemnozrnné (nanokrystalické) struktuře základního materiálu je pozorováno zlepšení kinetiky nitridace ocelí a kinetika hydrogenace právě Mg slitin [4].
- Se zjemněním zrna vzrůstá také hodnota vnitřního tlumení materiálu [4].
- Dochází také ke zlepšení elektrických vlastností materiálů, bylo zjištěno, že elektrická vodivost je úměrná velikosti zrn a zbytkový odpor s rostoucí velikostí zrna klesá [5].
- U karbidu wolframu byla zjištěna rostoucí ořezuvzdornost [4].

Pro dosažení jemnozrnné struktury materiálů bylo realizováno mnoho metod, přičemž základním problémem zůstává nadále technologie jejich přípravy. Dalším problémem je zvýšení odolnosti proti růstu zrna při tepelném zpracování za vyšší teploty nebo již při ohřevu na vyšší teplotu, což je v mnoha případech naprosto nezbytné pro další realizaci tvářecích procesů.

Používané metody přípravy UFG materiálů můžeme rozdělit do dvou skupin, a sice na vícestupňové metody a jednostupňové metody [4].

V následujících kapitolách 2.1 a 2.2 bude proveden přehled těchto dvou základních metod přípravy materiálu s jemnozrnnou strukturou.

2.1 Vícestupňové metody

Vícestupňové metody charakterizujeme jako postup výroby, který využívá syntézu (proces spojení dvou nebo také více částí do jednoho celku) ultra-jemných částic nebo také nano-částic s následujícím zhutněním do vzorků nebo polotovarů. U této metody musíme počítat s vysokým výskytem defektů, které jsou ovšem pro naše potřeby nežádoucí.

Vybrané metody využívající syntézy částic:

- Kondenzace částic z přesycených par
- Chemické metody
- Mechanické mletí
- Mechanické legování

Způsoby zhutnění:

- Izostatické lisování za tepla (HIP – Hot Isostatic Pressing)
- Lisování za tepla ve vakuu
- Dynamické zhutňování (shock – wave consolidation)
- Spékání (sintering)

2.2 Jednostupňové metody

Využitím této technologie na rozdíl od vícestupňových můžeme zajistit bezpórovitou strukturu.

Způsoby přípravy materiálů:

- Naprašování (sputtering)
- Napařování elektronovým paprskem
- Pulzní laserová ablace
- CVD (chemical vapour deposition)
- Napařování plazmou (plasma thermal spraying)
- Elektrodepozice
- Termomechanické zpracování (používané především u ocelí)
- **Extrémní plastická deformace**
- In situ zhutnění prášků při mletí [4]

3 PŘÍPRAVA UFG MATERIÁLŮ POMOCÍ SPD

Jak již bylo uvedeno výše, existuje mnoho metod a jejich kombinací pro docílení velmi jemnozrnné struktury. V této práci se dále budeme podrobněji zabývat způsobem přípravy UFG materiálů pomocí extrémní plastické deformace (SPD technologií). Proces SPD (Severe Plastic Deformation) můžeme charakterizovat jako vyvolání vysokého stupně plastické deformace v materiálu za účelem zjemnění zrna.

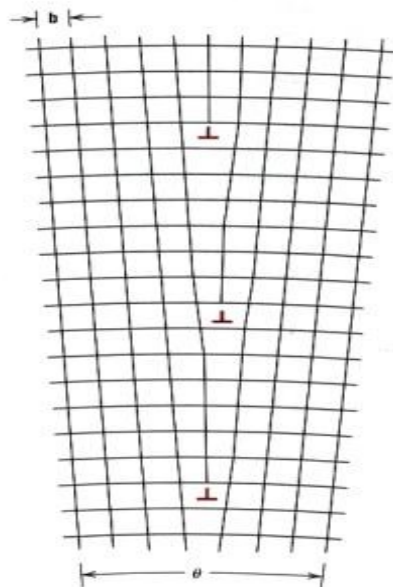
Z mnoha již dříve publikovaných prací plyne, že proces zjemňování zrna při plastické deformaci má původ v dislokačních aktivitách [4]. Při rozvoji plastické deformace v materiálech dochází v jejich zrnech k tvorbě mřížkových deformací o vysoké hustotě. Tyto dislokace se poté navzájem shlukují do seskupení, které je závislé na typu krystalické struktury. Vzájemné působení dislokací vede ke vzniku subzrn s malouhlovými hranicemi. S rozvojem plastické deformace dochází k dalšímu vývoji těchto subzrn a následné tvorbě vysokoúhlových hranic, které rozdělují původní zrna. Při působení plastické deformace dochází k pohybu hranic zrn [4].

3.1 Malouhlové a velkouhlové hranice zrn

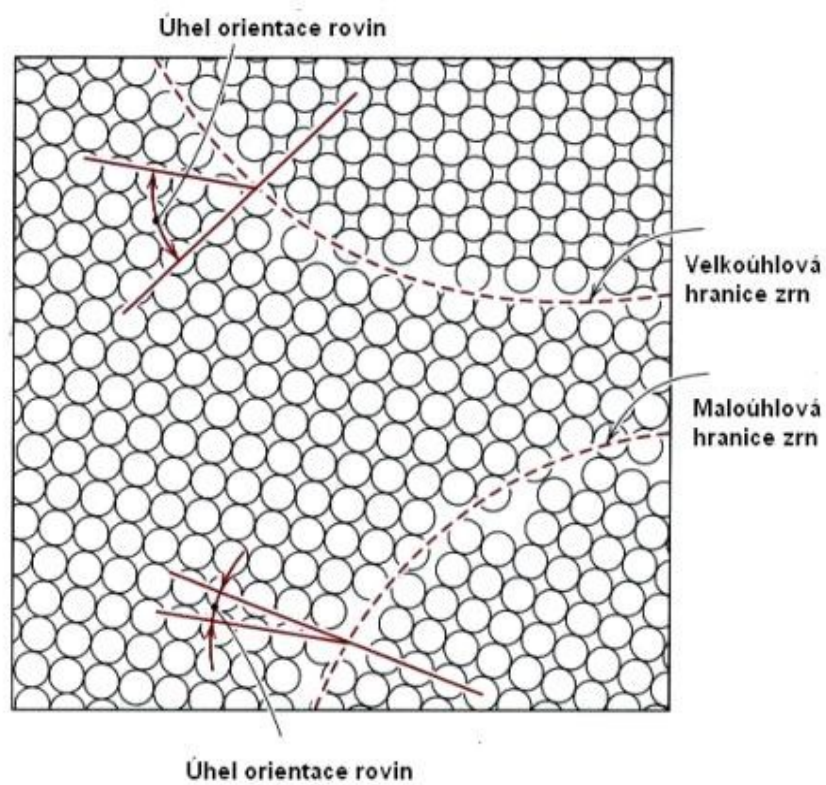
Jak bylo uvedeno v předchozí kapitole, při procesu plastické deformace dochází v materiálu k tvorbě tzv. subzrn s malouhlovými a velkouhlovými hranicemi.

Při tuhnutí kovu vznikají zárodky krystalické fáze, které rostou až do okamžiku, kdy se spojí. Toto spojení vytvoří strukturu s různě orientovanou krystalovou mřížkou.

Orientace skluzových čar a pásů v každém zrně je po plastické deformaci funkcí orientace mřížky. Na hranicích dvou sousedních zrn se setkávají různě orientované skluzové roviny, přičemž jejich vzájemný úhel nabývá vždy různých hodnot. Hranice zrn se rozděluje podle nesouhlasu vzájemné orientace přilehlých zrn na velkouhlové a na malouhlové. Malouhlová hranice je složena ze seskupení dislokací a její vlastnosti a struktura jsou funkcí nesouhlasu mezi zrny, malouhlové hranice jsou především tvořeny řadou hranových dislokací, viz obr.2. Velkouhlová hranice je obvykle nezávislá na tomto nesouhlasu, viz obr. 3. Přejít mezi oběma typy hranic zrn nastává při úhlu mezi zrny přibližně 10-12°[4].



Obr. 2 - Malouhlová hranice zrn [6].



Obr. 3 - Porovnání malouhlové a velkouhlové hranice zrn [6].

3.2 Podstata plastické deformace

Při působení vnějších sil na těleso v něm vzniká napětí, které lze rozložit do dvou směrů, a to do směru normálového (kolmého na průřez) nebo do tečného směru (ležící v rovině průřezu).

- **normálové σ** (kolmo na plochu průřezu), vede k odtržení nebo stěpnému lomu (1.2) [7].

$$\sigma = \frac{dF_n}{dS} \quad (1.2)$$

- **smykové τ** (v rovině plochy průřezu), způsobí vzájemný posuv atomů (1.3) [7].

$$\tau = \frac{dF_t}{dS} \quad (1.3)$$

maximální smykové napětí lze dosáhnout u průřezů se sklonem 45° od zatěžující síly. Deformace je klasifikována jako změna tvaru tělesa, která je vyvolána silovým působením. Deformace vyvolaná normálovým napětím je vyjádřena pomocí tzv. poměrného prodloužení (1.4) [7].

$$\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (1.4)$$

kde ΔL je prodloužení ve směru napětí a L_0 je počáteční měřená délka.

Ve skutečnosti se používá výrazu skutečná (logaritmická) deformace, jedná se o součet dílčích poměrných deformací při proměnné hodnotě L [7].

$$\bar{\varepsilon} = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_0} = \ln(1 + \varepsilon) \quad (1.5)$$

Deformace se dělí na pružnou (elastickou) a trvalou (plastickou).

V minulosti bylo popsáno mnoho teorií, které nám říkají, kdy začíná plastická deformace.

Podle teorie Questa a Trescy začíná plastická deformace tehdy, když dosáhne smykové napětí kritické hodnoty [7].

$$\tau_{max} \geq \tau_{krit}$$

Jako hodnota τ_{krit} se uvádí $R_e/2$.

Podle teorie Hubera, Hencklyho a Misesa počátek plastické deformace nastává při dosažení kritické hodnoty deformační energie w_t , kde G je modul pružnosti ve smyku [6].

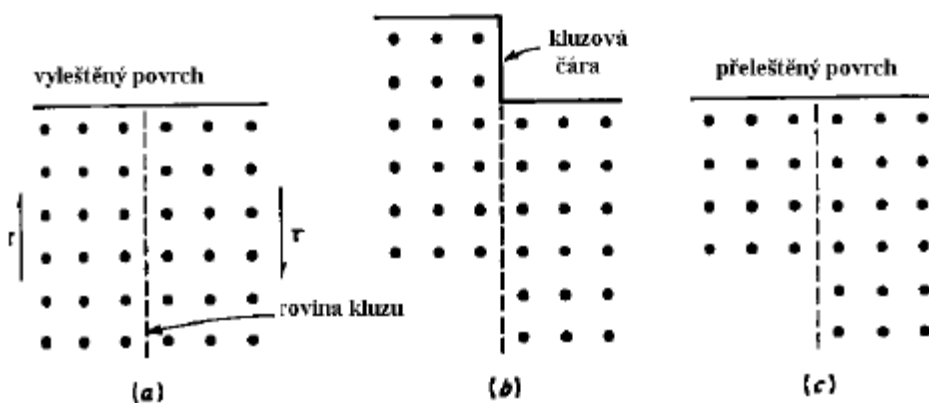
$$w_t = \frac{R_e^2}{6G} \quad (1.6)$$

3.3 Základní mechanismy plastické deformace

Nejčastější realizace plastické deformace se odehrává pomocí **dislokačního skluzu**. Dalšími mechanismy jsou **dvojčatní**, **kluzové (kink) pásy** a **difúze atomů**.

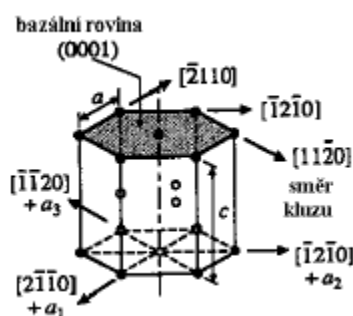
3.3.1 Deformace dislokačním skluzem

Ke skluzu dochází v určitých rovinách a směrech, které nazýváme skluzové. Jsou to krystalografické roviny a směry nejhustěji obsazené atomy. K deformaci skluzem dochází tak, že se atomy posunují o celé násobky meziatomových vzdáleností (viz. obr. 4) [8]. Skluzová rovina společně se směrem tvoří skluzový systém. Pro hořčík je typická hcp mřížka, v ní existuje pouze jeden kluzový systém, který je tvořen basální rovinou (0 0 1) a směry $[\bar{2} \ 1 \ 1 \ 0]$, $[\bar{1} \ 2 \ \bar{1} \ 0]$, $[1 \ 1 \ \bar{2} \ 0]$ (viz. obr. 5), z tohoto důvodu jsou tyto materiály špatně tvářitelné a také mají extrémně vysokou závislost vlastností na textuře (orientaci zrn). V hořčíku se vytvářejí dodatečné kluzové systémy, ty vznikají za zvýšených teplot (250°C). U hořčíku je to směr $\{1 \ 0 \ \bar{1} \ 1\}$, avšak kluzné směry zůstanou zachovány [9].



Obr. 4 - Představa deformace dislokačním skluzem [9].

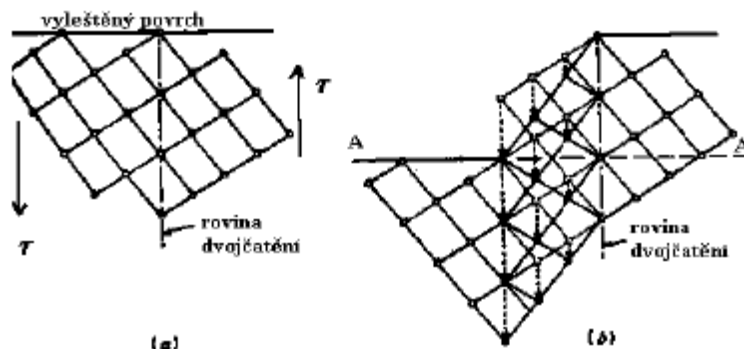
a) krystal zatížený smykovým napětím, b) elevace povrchu o násobek meziatomových vzdáleností, c) přeleštěný krystal



Obr. 5 - Skluzové systémy v hcp mřížce [9].

3.3.2 Deformace dvojčatěním

Dvojčatění je jev, při kterém se část krystalové mřížky posune tak, že vytvoří obraz neposunuté části mřížky. Na obr. 6 je schematicky znázorněno dvojčatění, z něj je patrné, že při vzniku dvojčete se atomy přemisťují pouze o zlomky hodnoty meziatomové vzdálenosti. Ke vzniku dvojčete obvykle dochází v řadě navzájem rovnoběžných rovin, lze si ho vysvětlit pohybem dislokací, obdobně jako u skluzu [8].



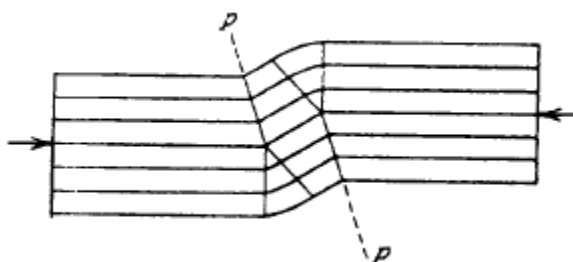
Obr. 6 - Schéma dvojčatění [9].

a) působení smykového napětí, b) vytvoření deformačního dvojčete

3.3.3 Deformační pásy a vybočení (lomení) tzv. kink pásy

Výskyt nehomogenních deformací v krystalu má za výsledek oblasti s různou orientací, které se nazývají „deformační pásy“.

Kink (vybočení, lomení) je znázorněno na obr. 7. Bazální rovina je horizontální a p rovina je rovina vybočení tzv. kink rovina, ve které se orientace náhle změní. Vybočení bylo pozorováno u monokrystalů Zn [9].



Obr. 7 - Vybočení (lomení) [8].

3.3.4 Difúze atomů

Tento jev nastává při vzniku tzv. superplasticity, tedy při nízkých deformačních rychlostech a vysokých tvářecích teplotách.[10]

3.4 Mechanismy deformace ultrajemnozrnných materiálů

Při plastické deformaci ultrajemnozrnných materiálů se k dislokačnímu skluzu, který je do této doby dominantním mechanismem plastické deformace se přidávají také jiné mechanismy. Mezi mechanismy plastické deformace UFG materiálů řadíme.

Dislokační skluz, který byl podrobněji popsán v kapitole 3.3.1 .

Dislokační creep nastane při relativně vysoké rychlosti deformace $\dot{\epsilon} < 10^{-5}, 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, což je rychlost superplastického tečení. Při dislokačním creepu je realizace deformace pohybem dislokací ve skluzových rovinách, ale také nekonzervativním pohybem dislokací (šplháním). Předpokládá se nakupení dislokací na hranicích zrn a jejich řazení do pravidelných struktur.

Difúzní creep je realizován při nižších rychlostech deformace, než je rychlost superplastického tečení. Jedná se o migraci vakancí a to od hranic zrn namáhané tlakovým napětím k hranicím s tahovým napětím.

Plastická deformace nanomateriálů, je realizována **dislokačním skluzem, skluzem po hranicích zrn** a difúzí po **hranicích zrn**. Nanomateriál je popisován jako kompozit složený ze dvou fází, a to zrnem a jeho hranicí.

3.5 Základy zpevnování

Proces zjemňování výsledné struktury je zaváděn do praxe především z důvodu dosažených výsledků v oblasti zpevnování materiálu při současném zachování houževnatosti. Z tohoto důvodu se provádí zjemňování struktury, protože je prokázáno, že pouze zjemňování zrn má za následek jednak zvýšení pevnosti a současně zvýšení plastických vlastností materiálu.

V současné době je známo několik mechanismů zpevnování, a to:

- **Zpevnování hranicemi zrn**
- **Zpevnování tuhého roztoku atomy příměsí**
- **Zpevnění částicemi jiných fází**
- **Dislokační (deformační) zpevnění**

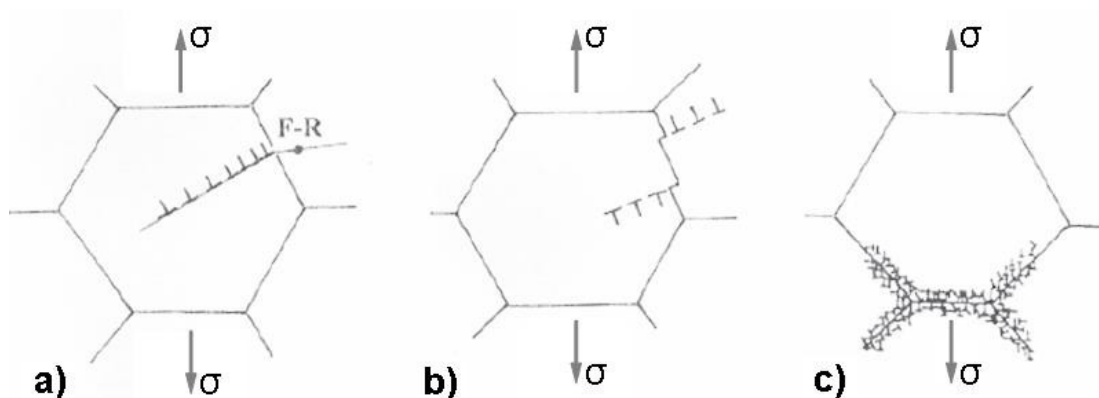
3.5.1 Zpevňování hranicemi zrn

S rostoucí plochou hranic zrn, vzrůstá pevnost či tvrdost. To bylo prokázáno dle Hall-Petchova vztahu (1.1). V H.-P. vztahu je prokázáno, že se zmenšením zrna vzrůstá mez kluzu.

Při vysvětlování Hall-Petchova vztahu byla použita řada mechanismů, viz. obr. 8.

- Nahromadění dislokací před hranicí zrna, které při určitém napětí aktivují Frank-Readův zdroj v sousedním zrně a deformace se šíří zrnem a posléze celým materiálem (Cottrell) (a).
- Generace dislokací na výběžcích zrn, vznikají při deformaci (Li) (b).
- Generace dislokací na hranicích zrn, vytvářející na nich vytvrzující vrstvu (Myers & Ashworth) (c).

Existují také další mechanismy, ty předložili např. Conrad, Ashby a další, všechny jsou založeny na studii aktivity dislokací v zrnech či v blízkosti jejich hranic [6].



Obr. 8 - Tři modely, které byly navrženy pro interpretaci Hall-Petchova vztahu [4].

3.6 Zpevnění ultrajemnozrnných materiálů

Dle Hall-Petchova vztahu (1.1), vzrůstá pevnost (tvrdost, mez kluzu) se zmenšující se velikostí zrna, tento vztah je platný až do oblasti nanostruktury. Je experimentálně prokázáno, že Hall-Petchův vztah je možno použít do velikosti zrna přibližně 20-30 nm, po překročení této hodnoty se pevnost přestane zvyšovat, někdy i dokonce klesá. Z toho plyne, že zpevňování UFG materiálů je především realizováno hranicemi zrn [4].

4 PŘEHLED ZÁKLADNÍCH TECHNOLOGIÍ VYUŽÍVAJÍCÍ SPD

Při výrobě UFG materiálů pomocí SPD technologií bylo dosaženo změny velikosti zrn ze struktury tvořené velkými zrny na strukturu o velikosti zrn v rozsahu 100-1000 nm. Při procesu plastické deformace dochází k zvýšení hustoty dislokací, to se navenek projeví zlepšením mechanických vlastností. Materiálů upravených na ultra-jemnozrnnou strukturu se využívá pro další tváření, především v průmyslové oblasti, kde se používá tzv. superplastické tváření [4].

Pro dosažení rovnoměrné struktury v nanometrech je nutno dodržet jisté podmínky:

- **ekvivalent plastické deformace ε_{VM} dosáhne hodnot cca 6 až 10 a více,**
- **tváření musí být prováděno při nízkých teplotách,**
- **vytvoření ultrajemnozrnné struktury rovnoměrně v celém objemu vzorku,**
- **materiál po aplikaci extrémní plastické deformace musí být bez trhlin.**

V současné době je známo několik poznatků, které jsou zapotřebí pro vyvolání extrémní plastické deformace, mezi ně patří:

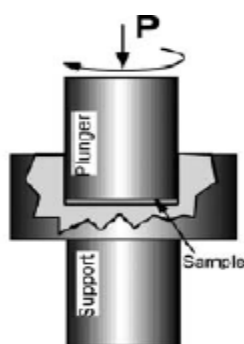
- **nesmí dojít ke změně tvaru deformovaného vzorku,**
- **deformační mechanismus je stříh,**
- **aplikace alternativních deformačních procesů,**
- **aplikace vysokotlakého namáhání.**

Mezi technologie přípravy velmijemnozrnné struktury řadíme:

- **High Pressure Torsion** (Krut spojený s vysokým tlakem)
- **Cyclic Extrusion Compression** (Cyklické protlačování a pěchování)
- **Cyclic Channel Die Compression** (Cyklické pěchování v kanále)
- **Continuous Extrusion Forming** (Kontinuální vytlačování spojené s pěchováním)
- **Accumulative Roll Bonding** (Vícenásobné dělení a válcování)
- **Constrained Groove Pressing** (Omezené tvarové lisování)
- **Dissimilar Channel Angular Pressing** (Válcování + proces ECAP)
- **Equal Channel Angle Extrusion /Pressing** (Protlačování rovnostrannými kanály)

4.1 HPT – (High Pressure Torsion)

HPT technologie, neboli krut spojený s vysokým tlakem patří mezi jednu z nejvyhledávanějších technologií využívající techniku SPD pro přípravu jemnozrnné struktury. Tato metoda využívá vzorky ve tvaru kotouče o průměru 10 až 20 mm a tloušťce 0,2 až 0,5 mm. Vzorek je uložen mezi dvěma lisovnicími s válečkovým vybráním, jejichž výška je menší než výška vzorku. Spodní lisovnice je pevný a horní se otáčí. V průběhu tváření dochází v materiálu k šíření tlaku a nakonec k rozpěchování. V celém zařízení jsou zredukovány plochy, aby bylo zabezpečeno co nejmenší tření. Touto metodou lze docílit velikosti zrna 100 nm s vysokoúhlovými hranicemi, které jsou docíleny smykovým napětím vznikajícím při tření mezi vzorkem a lisovnicí a beze změny původního tvaru.

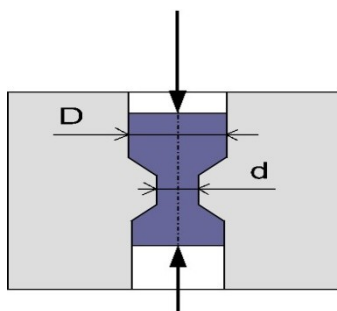


Obr. 9 - Princip technologie HPT[11].

4.2 CEC – (Cyclic Extrusion Compression)

Tato metoda je další, která využívá extrémní plastické deformace (SPD) pro získání velikosti zrna až v nanometrech.

Na obr. 10 je uvedeno schéma pracovního postupu technologie CEC. Tato technologie spočívá ve dvou fázích. V první fázi dochází k protlačování vzorku a tím také ke změně tvaru. Vlivem působícího protitlaku se vzorek po redukci opětovně stlačuje a vyplňuje kanál, čím získá své původní rozměry.

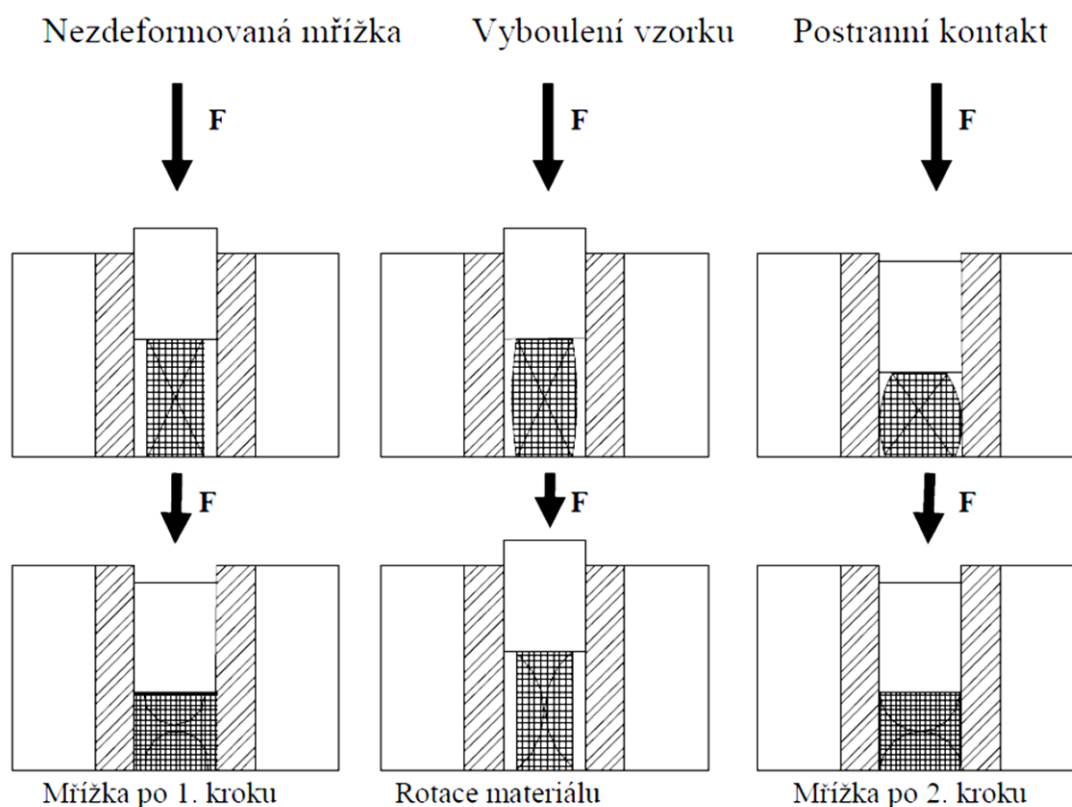


Obr. 10 - Schéma práce technologie CEC [12].

4.3 CCDC – (Cyclic Channel Die Compression)

Technologie CCDC, neboli cyklické pěchování v kanálu využívá válcový vzorek, který je následně pěchován v kanále kruhového průřezu. Po dokončení pěchování je otočen o 90° a opětovně podroben pěchování. Otáčením vzorku docílíme aktivaci mnoha skluzových rovin, to se projeví velkým zjemněním zrna a také dosažením velkého stupně plastické deformace.

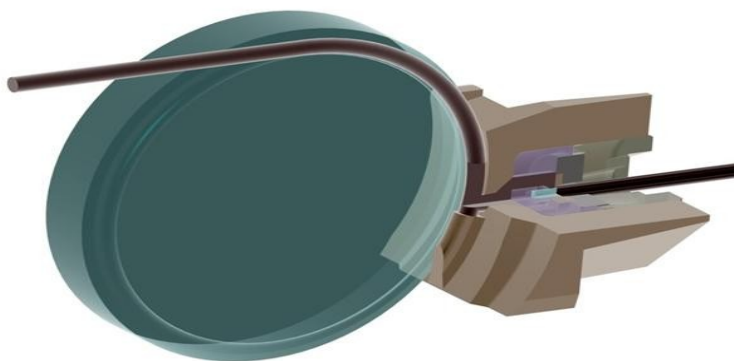
Na obr. 11 je uveden princip technologie cyklického pěchování.



Obr. 11 - Princip CCDC (cyklického pěchování) [7].

4.4 CONFORM – (Continuous Extrusion Forming)

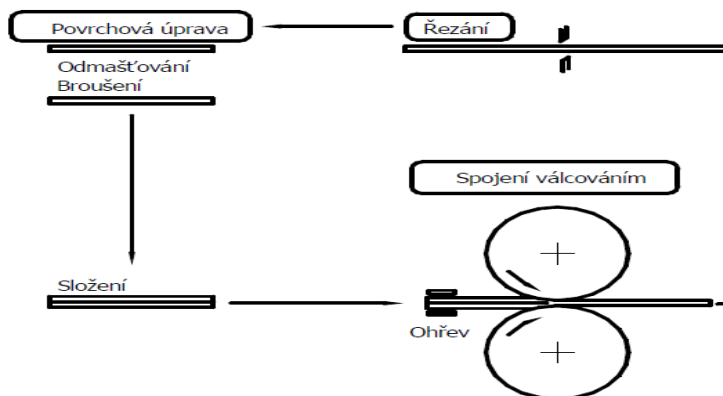
Zařízení CONFORM využívá extrémní plastické deformace pro získání jemnozrnné struktury pro vzorky ve tvaru pásu plechu. Pás plechu je kontinuálně podáván pomocí podávacího válce a přitlačné kladky do tvářecího nástroje, kde je realizována plastická deformace. Po průchodu plech opětovně vložíme do zařízení a podrobíme ho působení plastické deformace, jelikož při každém dalším průchodu dochází k menšímu stupni deformace, musíme pro získání jemnozrnné struktury podrobit vzorek vyššímu množství průchodů. V současné době vychází z této technologie mnoho jiných studií, např. zařízení DRECE, které bylo vyvinuto na pracovišti VŠB-TUO.



Obr. 12 - Schéma zařízení CONFORM [13].

4.5 ARB – (Accumulative Roll Bonding)

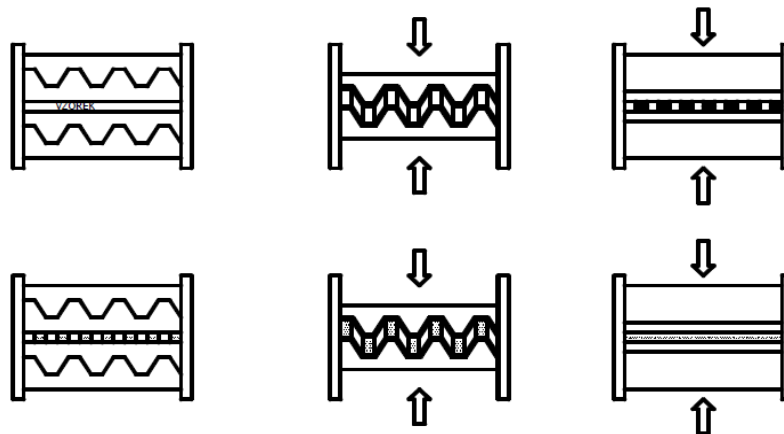
Technologie ARB využívá dělení plechu a jejich následné složení a převálcování. Plech je rozříznut na dvě stejně velké části, z nichž jedna je pečlivě očištěna a poté přiložena k druhé části a následně jsou obě části převálcovány na původní šířku, dochází k difúznímu svaření obou plechů, z tohoto důvodu musíme dbát na parametry tváření, jsou nutné vyšší teploty a nízká rychlost deformace. Po dokončení spojení obou částí můžeme libovolně opětovně rozřezat plech a opakovat činnost, jak je uvedeno na obr. 13.



Obr. 13 - Schéma činnosti technologie ARB[7].

4.6 CGP – (Constrained Groove Pressing)

Metoda omezeného tvarového lisování (CGP) patří také do skupiny, kde se vzorky podrobují vysoké plastické deformaci bez změny tvaru plechu. V prvním kroku činnosti je plech deformován ve speciální formě, v dalším kroku je plech opětovně vyrovnán a celý proces je možno cyklicky opakovat, jak je patrné z obr. 14.

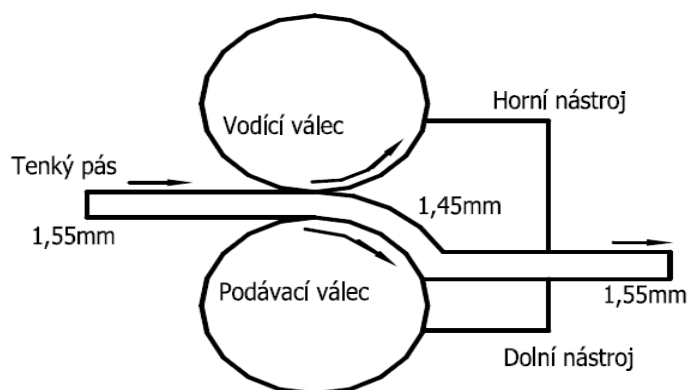


Obr. 14 - Schematické znázornění technologie CGP[7].

4.7 DCAP – (Dissimilar Channel Angular Pressing)

Tento proces využívá poznatky o válcování a procesu ECAP, který bude podrobně popsán v následující kapitole (4.8).

Při technologii DCAP hovoříme o válcování plechu z rozměru 1,55 mm na 1,45 mm a následném podrobení působení extrémní plastické deformace ve speciálním tvářecím nástroji, který se skládá ze dvou částí a to z horní a dolní části nástroje, viz. obr. 15. Tenký pás plechu je pomocí vyvozené třecí síly kontinuálně podáván do nástroje, kde je před vlastní plastickou deformací válcován a poté podroben plastické deformaci.



Obr. 15 - Schéma technologie DCAP [7].

4.8 ECAP – (Equal Channel Angle Pressing)

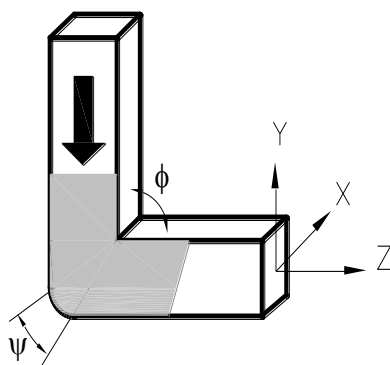
Metoda ECAP, tedy metody, která využívá protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem. Byla navržena mezi 70. a 80. lety dvacátého století, kdy ji jako první navrhl V.M.Segal. O rozvoj této technologie se zasloužil především R.Z.Valiev. Tato metodika využívá silného přetvoření vzorku kruhového nebo čtvercového průřezu bez změny jeho průřezu.

Podstatou této metody je, že se protlačovaný vzorek, který je externě zahřán (pokud je nutno – např. hořčík) a namazán vhodnou suspenzí (suspenze obsahující grafit) vloží do speciální zápustky, tedy je potřeba opatrnost vzhledem k možnosti tepelné roztažnosti.

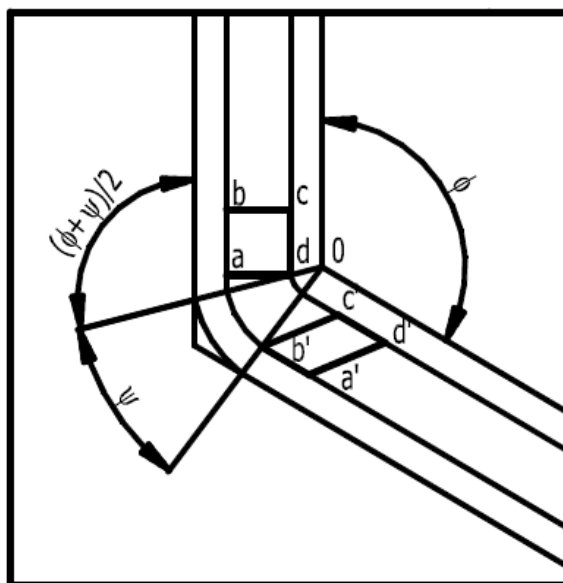
V zápustce je umístěna speciální matrice tvaru L, která má vertikální kanál, ve kterém je uložen ohřátý vzorek. Když lisovnický zatlačí na vzorek, vzniká ve zkušebním tělese intenzivní plastická deformace vyvozená stříhovým namáháním vzorku, stříh je vyvozen průchodem vzorku do horizontálního kanálu. Z toho je patrné, že oba kanály mají vzájemný úhel 90° . Po celkovém průchodu vzorku do horizontálního kanálu není možno vzorek vytáhnout, to je realizováno až průchodem dalšího vzorku, který ten předchozí vzorek vytlačí z kanálku.

V současné době je známo několik konceptů tvaru matrice, ve které jsou vyrobeny kanálky do úhlu 90° , jedna studie dokonce uvažuje, že by úhel mezi kanálky byl úhel vyšší než 90° , jak je uvedeno na obr. 17. Další možností je také vychýlení horizontálního kanálku a určitý úhel (viz obr. 18). Na obr. 19 je uvedena další možnost vytvoření horizontálního kanálku, a to do šroubovice o úhlu stoupání 10° a 30° .

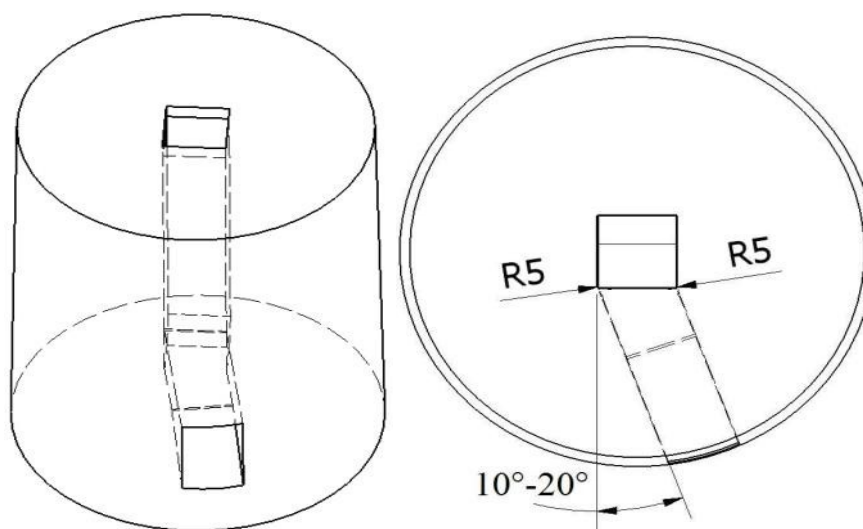
Deformace vzniklá průchodem vzorku je především funkcí úhlu přechodu dvou kanálů Φ , ale také je významný další úhel a to úhel vnějšího zaoblení kanálu Ψ , který je v místě protnutí obou kanálků (viz.obr.16).



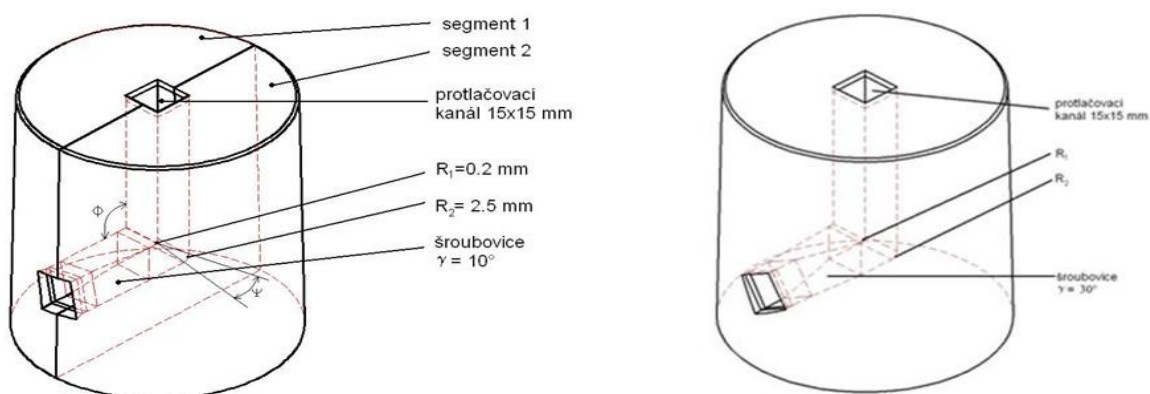
Obr. 16 - Úhly kanálků [7].



Obr. 17 - Změna úhlu Φ při přechodu mezi kanálky [7].



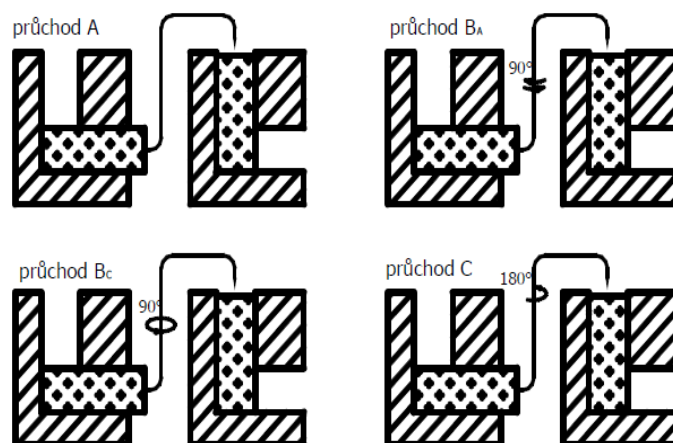
Obr. 18 - Vychýlení horizontálního kanálku o 10° nebo 20° [14].



Obr. 19 - Speciální tvar spodního kanálku, šroubovice (úhel stoupání 10° a 30°) [15].

Jak již bylo výše uvedeno, po dokončení protlačování musíme vzorek uvolnit z kanálku působením dalšího protlačeného vzorku. Po uvolnění zkušební tělesa jej budeme opětovně protlačovat pro docílení vyššího deformačního stupně. Pro aktivaci dalších kluzových rovin existuje několik variant. Jedná se především o otáčení zkušebních vzorků mezi jednotlivými průchody.

Deformační cesta a počet průchodů jsou hlavními faktory pro vývoj mikrostruktury. Rotací vzorku mezi jednotlivými průchody aktivujeme odlišný stříhový systém. Mezi základní typy deformační cesty řadíme (viz. obr. 20).



Obr. 20 - Základní typy průchodu kanálem ECAP[7].

- cesta A – vzorkem se po průchodu neotáčí,
- cesta B_A – po každém průchodu se vzorkem otočí o 90°, avšak vždy střídavě ve směru nebo proti směru hodinových ručiček,
- cesta B_C – po každém průchodu se vzorkem otočí o 90° ve směru hodinových ručiček,
- cesta C – vzorkem se po každém průchodu otočí o 180°

průchod	Osa	Počet protlačení								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	x									
	y									
	z									
B _A	x									
	y									
	z									
B _C	x									
	y									
	z									
C	x									
	y									
	z									

Obr. 21 - Střížné charakteristiky pro čtyři základní typy průchodu[7].

5 POZNATKY ZÍSKANÉ PŘI ZJEMŇOVÁNÍ ZRNA Mg SLITIN

Proces zjemňování zrna u slitin na bázi hořčíku lze zahájit již při výrobě slitin a to přidáním legujících prvků, konkrétně se jedná o přísadu zirkonu (Zr). Zirkon působí jako krystalizační zárodky, díky kterým lze zjemnit zrno při výrobě. Přidání zirkonu ovšem může způsobit obtíže, vzhledem k jeho špatné rozpustnosti v hořčíku. Zjemnit zrno lze také přidáním nižšího množství křemíku (Si).

V současné době existuje mnoho studií vlivu SPD technologií na výslednou velikost zrna.

Již dříve byla použita metoda FSP, tedy zpracování třením jako možnost SPD technologie. Výsledky u slitiny obsahující Mg-Al ukazují, že se zvyšujícím se obsahem hořčíku dochází ke snížení velikosti zrna a to z důvodu vlivu energie vrstevné chyby právě v těchto materiálech [16].

Při zkoušení plasticity hořčíkových slitin byla provedena pēchovací zkouška na plastometru Gleeble 1500D, při odlišných teplotách zkoušení (proměnlivá teplota, rychlost deformace). Výsledky odhalily, že křivky získané při zkoušce mají charakter dynamické rekystalizace. Z této analýzy bylo určeno, že deformace pro hořčíkovou slitinu AZ31 by měla probíhat při teplotách od 250°C do přibližně 400°C [17].

6 MĚŘENÍ TVRDOSTI

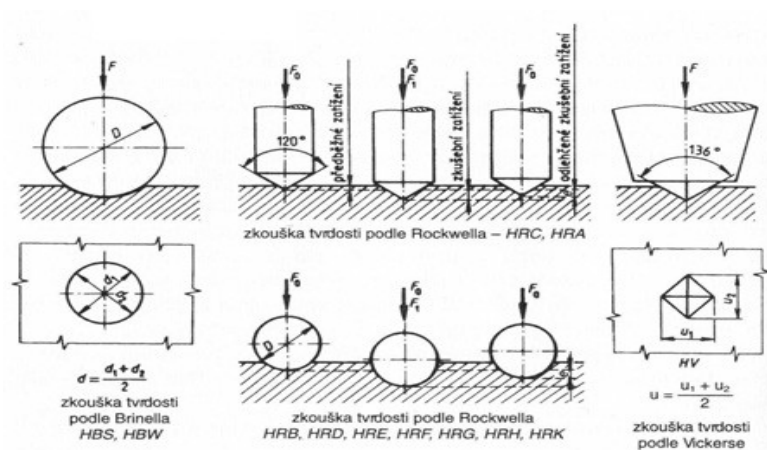
Tvrdot můžeme charakterizovat jako odpor kladený zkoušeným materiálem proti vnikání cizího tělesa. Při vnikání cizího tělesa do povrchu zkoušeného předmětu vzniká deformace, která určuje výslednou tvrdost vzorku.

Pomocí zkoušek tvrdosti lze získat na malých vzorcích cenné charakteristiky materiálů. Zkoušky tvrdosti jsou rychlé a jednoduché, nevyžadují žádnou pracnou přípravu vzorků. Při průběhu zkoušky tvrdosti je jen malé porušení zkoušeného vzorku. Výsledná tvrdost se určuje jako průměr naměřených hodnot.

6.1 *Přehled základních metod měření tvrdosti*

Při měření tvrdosti se využívají tři základní techniky, mezi které řadíme zkoušky tvrdosti dle Brinella, Rockwella a Vickerse.

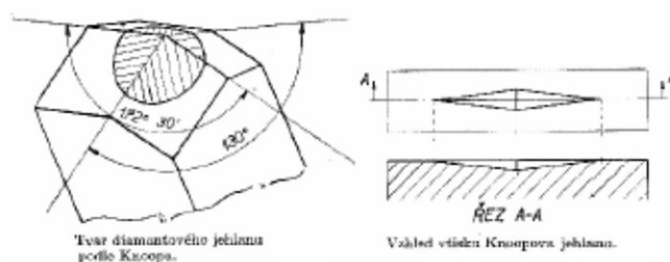
- **zkouška tvrdosti podle Brinella (HB)** – podstata je ve vtlačování ocelové kuličky nebo kuličky z tvrdokovu o určitém průměru a určitou silou do povrchu zkoušeného tělesa po dobu přibližně 10 až 15 sekund. Měří se průměry vtisků na povrchu, podle tabulky se určí tvrdost.
- **zkoušení tvrdosti podle Rockwella (HRC)** – při této zkoušce je zkušební tělísko ve tvaru diamantového kužele s vrcholovým úhlem 120° vtlačováno do povrchu, lze také použít kuličku o průměru 1,59 mm. Tělísko je do povrchu vtlačováno silou $F_0=98$ N, ve druhé fázi je tato síla zvýšena o F_1 na celkovou sílu $F=1471$ N. V posledním průběhu zkoušky provedeme odlehčení na původní sílu F_0 . Pro zjištění tvrdosti se měří hloubka vtisku (tvrdost HRC = rozdíl mezi smluvní hloubkou a skutečnou hloubkou vniknutí zkušebního tělíska), hloubka vtisku se odečte na číselníkovém ukazateli (hloubkoměru přístroje). Rockwellova zkouška tvrdosti se používá především jako možnost rozřídění materiálů na měkké nebo tvrdé (použití v kalírnách).
- **zkouška tvrdosti dle Vickerse (HV)** – při Vickersově zkoušce tvrdosti vtlačujeme určitou silou do povrchu zkoušeného materiálu pravidelný čtyřboký diamantový jehlan, který má vrcholový úhel 136° po určitou dobu. Po dokončení zkoušky se změří dva na sebe kolmé rozměry (úhlopříčky). Dle naměřených hodnot se dle tabulky určí příslušná tvrdost.



Obr. 22 - Schéma tří základních způsobů měření tvrdosti [8].

Výše uvedené druhy zkoušení tvrdosti vzorků patří mezi nejpoužívanější, existují ovšem také jiné zkoušky, např. Ludwikova nebo Knoopova.

- **Ludwikova metoda** byla vynalezena, aby odstranila nedostatky vykazované při Brinellově zkoušce, byla nahrazena kulička kuželem z kalené oceli o různých vrcholových úhlech (60, 90 a 120°). Ludwikova metody je dnes prakticky nepoužívaná, ovšem dala podnět pro rozvoj dalších metod, z této metody vychází především Rockwellova zkouška tvrdosti, rozdíl je v použitém materiálu indentoru.
- Jako další metoda je používána **Knoopova zkouška tvrdosti**, která je obdobou zkoušky tvrdosti dle Vickerse. S Vickersovou zkouškou má podobné tělísko, rozdíl je, že namísto u Vickerse používaného jehlanu s čtvercovou podstavou Knoop používá jehlan, který má podstavu velmi protáhlého kosočtverce. Výhoda této metody je, že se dá použít pro měření velmi malých ploch, používá se na měření tvrdosti drátů. Na obr. 23 je uvedeno schéma indentoru a vzhled vtisků.

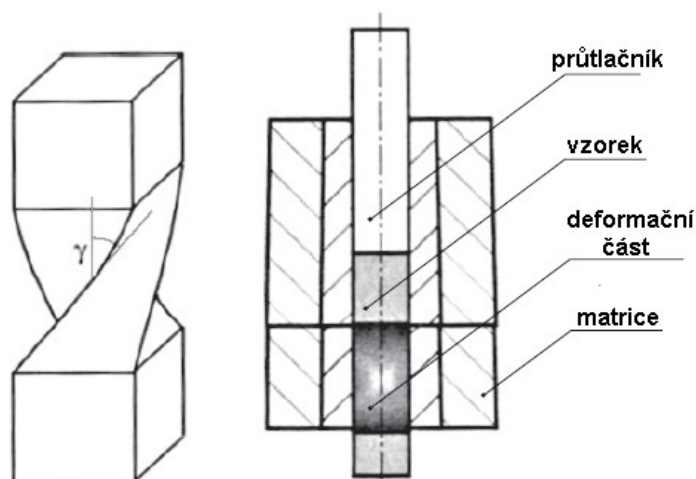


Obr. 23 - Knoopova zkouška tvrdosti [8].

7 NOVÁ GEOMETRIE NÁSTROJE ECAP

V odstavci 4.8 jsou uvedeny běžně používané typy geometrií, mezi ně rovněž řadíme možnost využití nástroje se zabudovanou šroubovicí, tedy metodiky využívající princip ECAPu a TE (Twist Extrusion), (TE – metoda protlačování krutem, princip viz. obr. 24). U TE metody je tedy využití protlačování vzorku kanálkem se zabudovanou šroubovicí, kde je vytvořena střížná deformace pro docílení zjemnění výsledné struktury. Z obrázku je patrné, že nedochází k žádné změně rozměru kanálku, nastává pouze změna tvaru, která je vyvolána zkroucením kanálku podél osy a tím vytvoření šroubovice.

U použití technologie TE nedochází k rovnoměrnému rozložení stříhové deformace, lze pozorovat odlišnou deformaci v různých částech protlačovaného vzorku.



Obr. 24 - Schéma metody protlačování krutem (TE) [4].

Proces protlačování krutem můžeme použít samostatně nebo v kombinaci s jinou technologií využívající extrémní plastickou deformaci. Tato kooperace je schopna zvýšit hodnotu vnesené plastické deformace a tedy docílit požadovaného zjemnění zrna.

Vývojový trend vylepšil samotnou techniku TE a byla vyzkoumána metodika PTE (Planar Twist Extrusion), její princip spočívá v pohybu dvou rovinných stěn, na kterých je vyrobena šroubovice. Vzorek je zatížen silami vyvozenými průtlakem a protitlakem, díky čemuž dochází k rovnoměrnému zvýšení tlaku v deformační zóně a tím k zjemnění struktury.

Nový nástroj využívaný pro ECAP je tedy kombinací klasicky používaného kanálku, který má ve své horizontální části vytvořenou šroubovici o úhlu stoupání 30° .

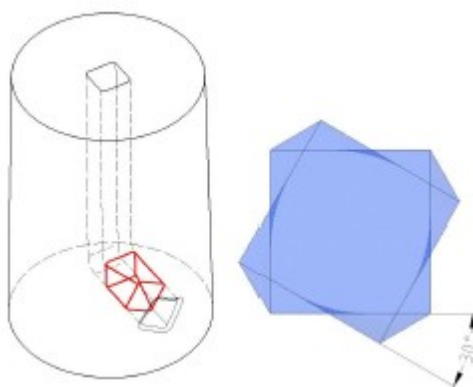
Již dříve byl vyhotoven nástroj se zabudovanou šroubovicí v jeho horizontálním kanálku. Tato šroubovice měla úhel stoupání 10° . Při následném porovnávání s jinými druhy úprav kanálků (jedná se především o vychýlení, viz. obr. 18) bylo zjištěno, že použití šroubovice má podstatný vliv na výslednou strukturu, především na homogenní rozložení zjemněné struktury. V případě použití šroubovice byla pozorována skutečně homogennější struktura, než v případech použití nástrojů s vychýlením. V případě porovnání křivek přetvárného odporu, které byly získány v průběhu experimentálních protlačování jednotlivými typy tvaru kanálků lze usoudit, že při použití šroubovice dochází k nárůstu σ_{pmax} a byl získán také rovnoměrnější průběh těchto křivek. Z celkových výsledků rozboru, vlivu jednotlivých v minulosti realizovaných geometrií nástroje ECAP, byla zvolena varianta využívající zabudovanou šroubovici v horizontálním kanálku, jako nejpřínosnější. Výsledky experimentů a matematických simulací potvrdily vliv zvýšení úhlu stoupání šroubovice na zvýšení intenzity deformace a tímto i potřebného zjemnění struktury. Z tohoto důvodu byl vyroben nový nástroj, který má zabudovanou šroubovici s úhlem stoupání 30° .

7.1 Nástroj se zabudovanou šroubovicí 30°

Jak bylo výše uvedeno, technologie ECAP bývá využívána v kooperaci i s jinými technologiemi využívající SPD. Nová koncepce nástroje využívá spojení klasického rovnostranného pravoúhlého protlačování a protlačování krutem, tedy ECAP + TE.

Nový nástroj má zabudovanou šroubovici s úhlem 30° . Výhodou zabudované šroubovice je vyvození protitlaku, to způsobí zvýšení stupně deformace a tedy podstatné zjemnění struktury zrna v menším počtu průchodů oproti dříve použitým tvarům nástroje.

Nástroj má následující parametry: poloměry zaoblení $R_1=2,5$ mm, $R_2=0,5$ mm, $\varphi=90^\circ$, $\psi=90^\circ$, $\gamma=30^\circ$. Schematické zobrazení nástroje viz obr.19 (kapitola 4.8) a obr. 25.



Obr. 25 - Nástroj se zabudovanou šroubovicí s úhlem stoupání 30° [15].

7.2 Materiál použitý na výrobu nástroje

Materiál, ze kterého je vyroben nástroj na protlačování je ocel HOTVAR, přesněji Cr-Mo-V legovaná vysokovýkonná ocel pro práci za tepla.

Tato ocel má následující chemické složení viz. tab. 6.

Tab. 6 – Chemické složení oceli HOTVAR

Chemické složení	C	Si	Mn	Cr	Mo	V
	0,55	1,0	0,75	2,6	2,25	0,85
Dodávaný stav	Měkce žíhané, cca 210 HB					

Tato ocel je speciálně vyrobená ocel pro práci za tepla, která umožňuje použití při teplotách do 650°C. Odolnost této oceli za zvýšených teplot je zaručena díky vyváženému množství legujících prvků.

Ocel má následující fyzikální hodnoty a mechanické vlastnosti, viz. tab. 7 a tab. 8.

Tab. 7 – Fyzikální hodnoty použité oceli pro různé teploty práce

Teplota	20°C	200°C	600°C
Měrná hmotnost kg/m ³	7800	7700	7600
Modul pružnosti N/mm ²	210000	180000	140000
Součinitel tepelné roztlačnosti C od 20°C	-	12,6 x 10 ⁻⁶	13,2 x 10 ⁻⁶
Tepelná vodivost W/m.°C	31	33	35

Tab. 8 – Informativní hodnoty zjištěné při pokojové teplotě

Tvrdost	54 HRC	56 HRC	58 HRC
Pevnost v tahu Rm N/mm ²	2100	2200	2300
Mez průtažnosti R _{p0,2} N/mm ²	1800	1820	1850

8 POPIS POUŽITÉHO EXPERIMENTÁLNÍHO VYBAVENÍ A EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL

8.1 Lis používaný na protlačování

Zkušební laboratoř je umístěna v areálu VŠB-TU Ostrava na FS, katedře mechanické technologie.

Vlastní protlačování je realizováno na hydraulickém lisu DP 1600 kN s možností programového řízení protlačovacího procesu. Na obr. 26 je vyobrazeno celé zařízení. Technické parametry od používaného lisu jsou uvedeny v tab. 9.



Obr. 26 - Foto lisu DP 1600 kN

Tab. 9 – Parametry používaného lisu DP 1600 kN

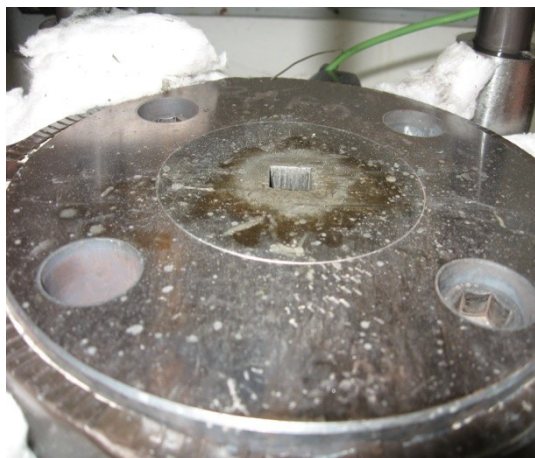
Technické parametry	Hodnota	Jednotka
Jmenovitá tvářecí síla	1600	kN
Rychlost posuvu	max. 40	mm/min
Maximální zdvih	120	mm
Rozměry lisu	800 x 1700 x 1850	mm
Váha lisu	1550	kg

8.2 Používané mazivo

Při předchozích experimentech bylo použito mazivo GLEIT - $\mu^{\text{®}}$ HP 515. Tento typ maziva se používá pro tvářecí práce za studena. V tomto experimentu protlačujeme hořčík, tzn. potřeba použít přehřev vzorků. Z tohoto důvodu bylo zapotřebí použít jiného typu maziva. Pro tento účel byla vybrána montážní pasta Nicro Thermocup 1200. Použití tohoto mazadla je v rozsahu teplot od -180°C do 1200°C . Mazivo bylo nanášeno na ohřáté vzorky a také na průtlačník.

8.3 Nástroje ECAP

Při protlačování bylo použito nástroje ECAP se zabudovanou šroubovicí v horizontálním kanálku, tato šroubovice má úhel stoupání 30°(viz. kapitola 7.1). V nástroji jsou vyrobeny kanálky čtvercového průřezu o rozměrech 15 x 15 mm.



a)



b)

Obr. 27 - Použitý nástroj se zabudovanou šroubovicí 30°

a) pohled do vstupní části vertikálního kanálku

b) pohled na výstupní část z horizontálního kanálku

Pro každý nástroj ECAP byl zhotoven speciální průtlačník. Ten musí lícovat s rozměry kanálku. Každý průtlačník má na svém konci zhotovenou speciální fazetku, která musí zabránit zpětnému toku materiálu. Na obr. 28 jsou vyfoceny v současné době používané průtlačníky.



Obr. 28 - Použité typy průtlačníků

8.4 Indukční pec pro ohřev vzorků

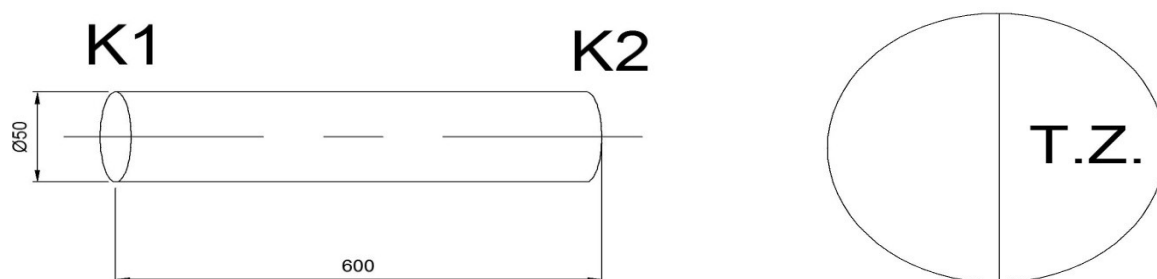
Při tomto experimentu protlačujeme hořčíkové slitiny, jak bylo uvedeno v předchozích částech této práce. Z tohoto důvodu musíme pro optimalizaci protlačovacího procesu provést ohřátí vzorku i tvářecího nástroje. Ohřev je proveden v indukční peci. Teplota je nastavena na teplotu mírně vyšší než potřebných 230°C, z důvodu mírného poklesu při přenosu vzorku z pece do nástroje. Teplota se v tomto případě nastavuje na hodnotu 270°C. Velikost teploty je neustále kontrolována pomocí termokamery. Na obr. 29 je znázorněna pec pro ohřev vzorků.



Obr. 29 - Snímek pracoviště s indukční pecí

8.5 Použitý materiál a výroba vzorků pro protlačování

Jako experimentální materiál pro protlačování na výše uvedeném zařízení byly použity Mg – slitiny AZ31 a WE43 dodané ve formě tyčí o rozměrech $\text{Ø}50 - 600 \text{ mm}$, připravené protlačováním za tepla. Pro měření tvrdosti byly z polotovaru odebrány 2 vzorky, každý z opačného konce (viz. obr. 30). Vzorky byly rozřezány na polovinu, přičemž jedna část byla použita pro měření tvrdosti a druhá část pro tepelné zpracování jak rovněž i pro metalografický rozbor.



Obr. 30 - Schéma polotovaru a tvar odebraného vzorku pro měření tvrdosti výchozího stavu

Pro experimenty na zařízení ECAP byly zbylé části nařezány a dále opracovány frézováním na vzorky o rozměrech $15 \times 15 - 60 \text{ mm}$.

9 PROTlačENÍ HOŘČÍKOVÝCH SLITIN AZ31 a WE43

Protlačování bylo realizováno v laboratoři VŠB-TUO nástrojem ECAP s novou geometrií nástroje, zabudovanou šroubovicí se stoupáním 30° v horizontálním kanálku.

9.1 Protlačení slitiny AZ31

Před vlastní realizací experimentu bylo zapotřebí upravit rozměry vzorku, který byl dodán o rozměrech 15 mm x 15 mm – 60 mm, tento rozměr by bohužel bylo problematické vložit do vertikálního kanálku nástroje vzhledem k tomu, že vzorek bylo nutno nahřát a tím pádem došlo k mírnému zvětšení rozměrů z důvodu teplotní roztažnosti. Vzorek byl tedy mírně přebroušen na rozměry 14,95 mm x 14,95 mm – 60 mm. Takto upravený vzorek byl vložen do indukční pece a ohříván na potřebnou teplotu, teplota ohřevů vzorků byla 200°C. Po ukončení ohřevu byl vzorek potřen mazivem a vložen do vertikálního kanálku, celá matrice byla rovněž zahřátá na příslušnou teplotu. Vlastní experimenty probíhaly při výše uvedené teplotě s rychlostí protlačování $v = 40 \text{ mm/min}$. V této práci jsem již uváděl nevýhodu metody ECAP a to je problematické vytlačování vzorků. K jeho celkovému vytlačení z nástroje je nutno protlačit další vzorek, který vytlačí vzorek původní. Byl zvolen typ průchodu B_c , tzn. otočení vzorku po každém průchodu o 90°. Po protlačení bylo zapotřebí vzorek po průchodu přebrousit z důvodu mírné změny tvaru. Tato změna je způsobena krátkou výstupní částí horizontálního kanálku. V daném místě se vzorek nemůže dostatečně narovnat a dochází takto k obtížné manipulaci se vzorkem při jeho opětovném zakládání do lisu.

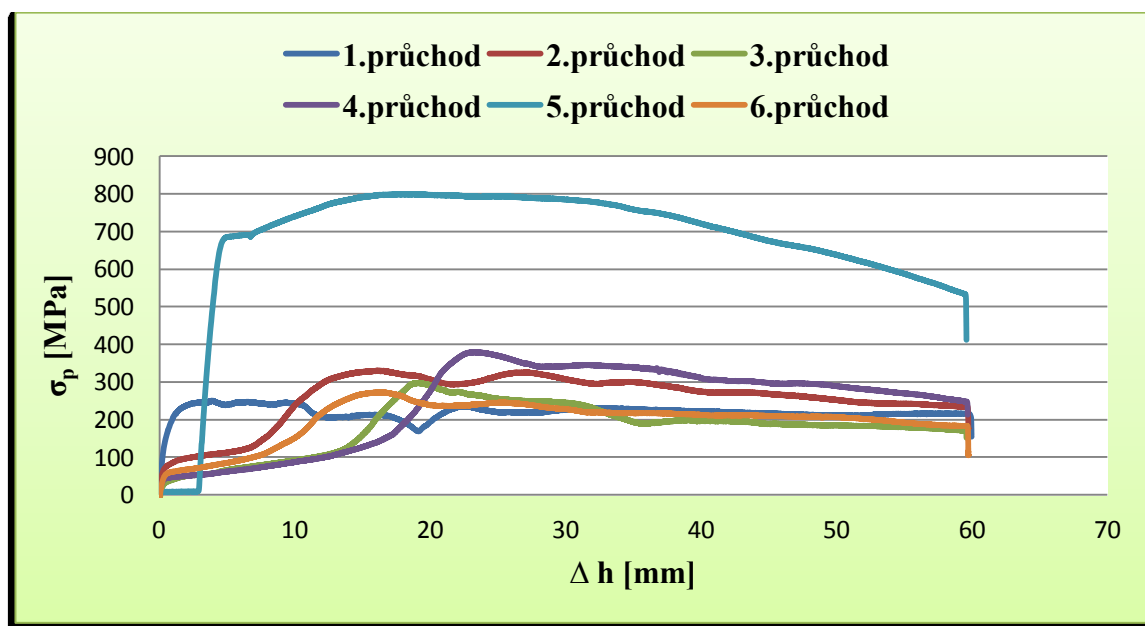
9.2 Protlačení slitiny WE43

Při použití další zkoumané hořčíkové slitiny, a sice slitiny typu WE43 byl postup protlačování obdobný jako při realizaci experimentu se slitinou AZ31, u této slitiny došlo ovšem k výrazným obtížím, které významně ovlivnili použití WE slitiny pro další výzkum. Při průběhu protlačování došlo k lomu vzorku, který se vyskytl při přechodu vzorku mezi vertikálním a horizontálním kanálkem nástroje ECAP. Lom nastal při experimentální teplotě vzorku 250°C, z tohoto důvodu bylo doporučeno tepelné zpracování, dále jen T.Z., po dobu 1 hodiny a při teplotě 400°C. Vzorek po T.Z. byl opětovně protlačen při teplotě 250°C, ovšem ke změně výsledku nedošlo. Byla tedy navržena možnost zvýšení teploty přehřevu a teploty matrice na hodnotu 280°C. Toto zvýšení teploty umožnilo 1. průchod, další průchod se ovšem již nezdařil. U WE slitiny by mělo být tedy navrženo další tepelné zpracování, tímto směrem by se měl odvíjet další výzkum použití této slitiny pro ECAP.

9.3 Křivky přetvárných odporů

Křivky přetvárných odporů byly získány v průběhu vlastní realizace protlačování, tyto křivky byly převedeny z údajů zjištěných senzory na lise a následně převedeny do připojeného počítače. Data byla vyhodnocena programem M-TEST. Takto získané křivky průběhů přetvárných odporů charakterizují tvářecí proces.

Vlastní protlačování hořčikové slitiny AZ31 bylo provedeno při teplotě vzorku i matrice 200°C.



Graf 1 - Přetvárné odpory slitiny AZ31 bez T.Z., $T_p = 200^\circ\text{C}$

Tento rozdílný průběh křivek může být způsoben místem odběru vzorku. Polotovár pro experimenty vykazoval značnou heterogenitu po jeho délce.

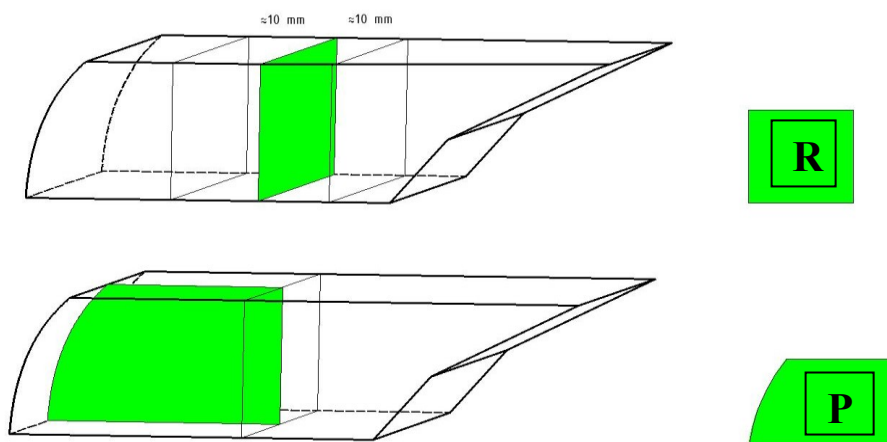
10 MĚŘENÍ ROZLOŽENÍ TVRDOSTI

Dalším cílem této práce je zjištění vlivu procesu ECAP na vlastnosti materiálu. Tvrdost byla měřena v jednotlivých fázích přípravy vzorků a to od polotovaru až po vzorky podrobené vícenásobné plastické deformaci v zařízení ECAP.

10.1 Vzorky pro měření tvrdosti a jejich označení

Pro měření tvrdosti ve výchozím stavu byly odebrány vzorky již z dodaného materiálu, vždy z opačného konce tyče. Tyto vzorky byly následně děleny a dále tepelně zpracovány. Vzorky ve výchozím stavu byly označeny podle jejich umístění v polotovaru (viz. obr. 30). Jak je výše uvedeno, vzorky byly odebrány z opačných konců, podle toho je uvedeno také jejich označení. Vzorky slitiny AZ31 jsou značeny AZ31_K1 nebo AZ31_K2 (viz obr. 30). Rozměr vzorku výchozího stavu byl $\varnothing 50 - 15$ mm. Označování a rozměry vzorků pro slitinu WE43 je stejné jako v případě slitiny AZ31.

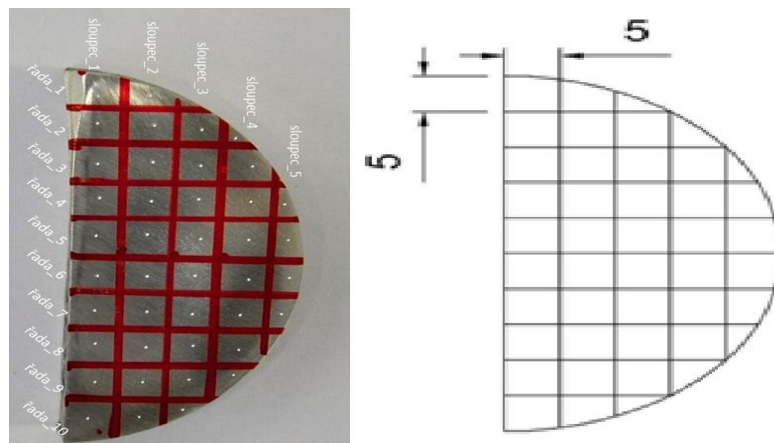
Vzorky, které byly odebrány z protlačené slitiny, musíme rozlišit podle polohy, ze které byly odebrány. Jedná se o vzorky z příčného (označení R - rectangular) a z podélného směru (P - parallel). Na obr. 31 je uvedeno schéma odběru vzorků, které byly separovány z protlačeného materiálu a zároveň uvedeno jejich označení. Pro odběr bylo vybráno místo přibližně ve středu vzorku a od něj na každou stranu přibližně vzdálenost 10 mm. Konečná velikost vzorku pro měření tvrdosti má přibližně rozměry $14 \times 14 - 20$ mm. Takto připravený segment byl přebroušen, přeleštěn a dodán pro měření tvrdosti. Vzorek pro měření tvrdosti v podélném směru byl odfrézován do cca. $1/2$ tloušťky vzorku, tento vzorek byl podobně jako ten příčný přebroušen a přeleštěn.



Obr. 31 - Schéma odběru vzorků po protlačení, kolmý a podélný směr

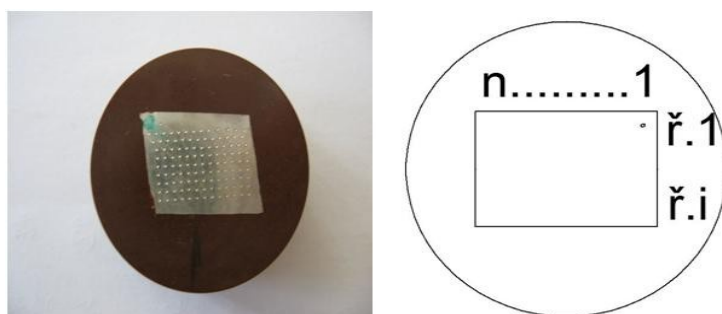
10.2 Navržení měřicí sítě pro zkoušení rozložení tvrdosti na vzorcích

Vzorky pro měření rozložení tvrdosti výchozího stavu byly odebrány z dodaných polotovarů. Odebraný vzorek má v tomto případě tvar půlkruhu a na něm byla načrtnuta síť, ve které byly realizovány vpichy. Schéma návrhu sítě a její realizace, viz. obr. 32. Velikost každého segmentu načrtnuté sítě byla 5 mm.



Obr. 32 - Příklad navržení sítě pro měření tvrdosti a její realizace

Při zkoumání tvrdosti u segmentů odebraných z protlačených vzorků byla navržena síť odlišného typu, která má menší vzdálenosti mezi jednotlivými vpichy (1 mm). Na obr. 33 je uveden návrh a následná realizace sítě při vlastním měření.

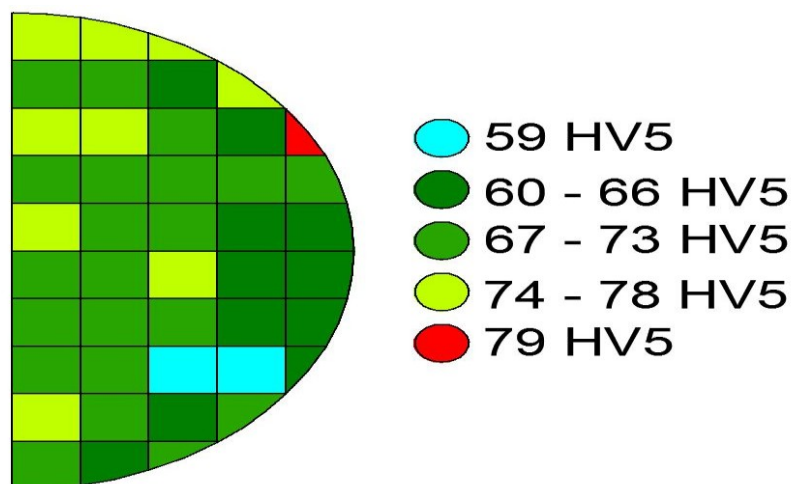


Obr. 33 - Navržení a realizace vpichů pro vzorky po protlačení

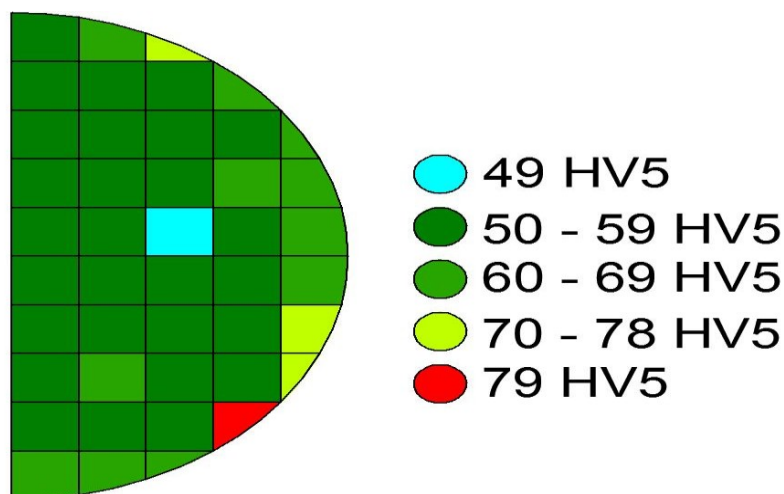
10.3 Výsledky rozložení tvrdosti na studovaných slitinách ve výchozím stavu

Pro měření tvrdosti byl použit tvrdoměr HPO 250 VICKERS, který je umístěn v laboratoři VŠB–TUO. Pro zkoušení bylo navrženo měření tvrdosti podle Vickerse (norma ČSN EN ISO 6507 – 1), zatížení vzorku $F = 49,03 \text{ N}$. Čas, zatěžování vzorku byl 20 s.

Měření tvrdosti bylo provedeno podle Vickerse HV5 a dle navržené sítě (viz. obr. 32).



Obr. 34 - Rozložení tvrdosti na vzorku AZ31_K1

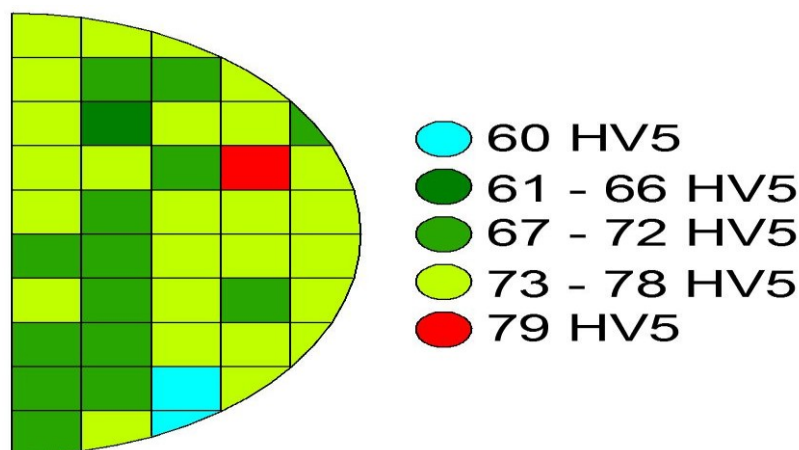


Obr. 35 - Tvrdost na vzorku AZ31_K2

Ze schémat je patrné, že výchozí stav slitiny AZ31 vykazuje značnou heterogenitu rozložení tvrdosti mezi oběma konci polotovaru. Dále je zřejmé, že větší hodnoty tvrdosti jsou dosaženy u okraje vzorku.

Průměrná hodnota tvrdosti u **AZ31_K1** byla dosažena **69,206 HV5**, u vzorku z opačného konce **AZ31_K2** průměrná tvrdost dosahuje hodnoty **55,984 HV5**.

Vzorek slitiny WE43 byl připraven obdobným způsobem jako předchozí slitina.



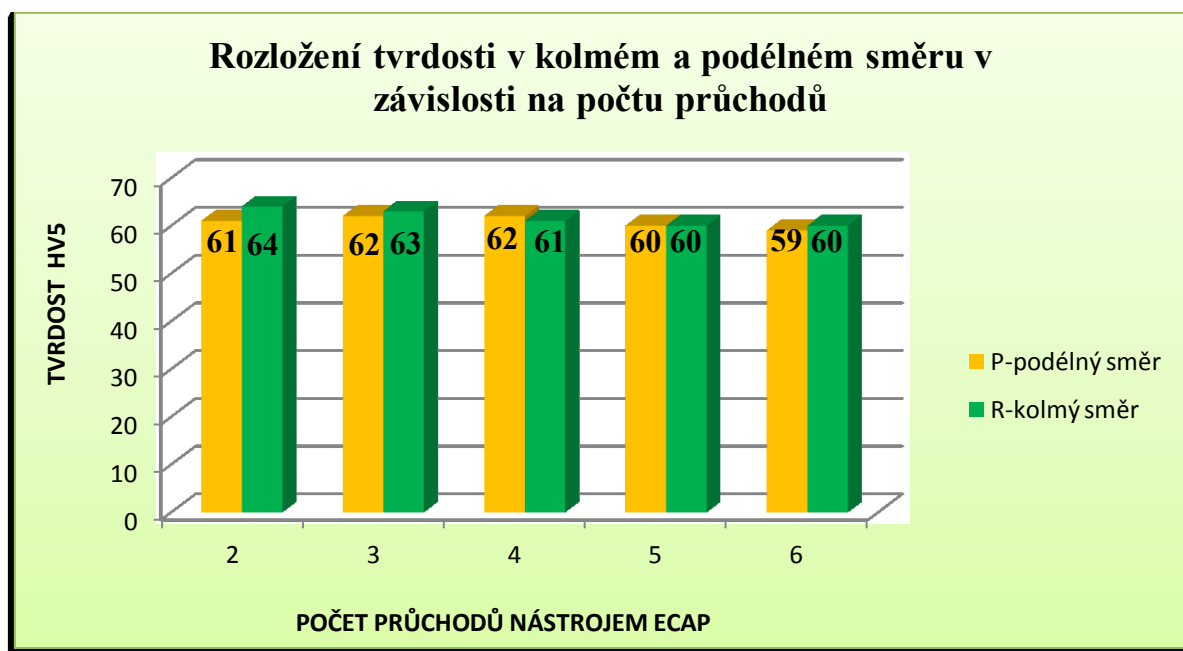
Obr. 36 - Rozložení tvrdosti u slitiny WE43_K1

Z obr. 36 je patrné, že Mg slitina WE43 dosahuje vyšších hodnot tvrdosti ve výchozím stavu než je tomu u slitiny AZ31. U vzorku z druhé strany, tedy označení WE43_K2 nebyla pozorována heterogenita v rozložení tvrdosti, jako tomu bylo v případě slitiny AZ31.

U slitiny WE43_K1 byla určena průměrná hodnota tvrdosti **71,114 HV5**, vzorek z druhého konce vykazoval průměrnou hodnotu tvrdosti **70,243 HV5**.

10.4 Rozložení tvrdosti vzorků po protlačení - podélný a kolmý směr

Měření tvrdosti na vzorcích po protlačení bylo provedeno 5 vpichů pro zjištění průměrné hodnoty tvrdosti v závislosti na počtu průchodů, viz. graf 1.

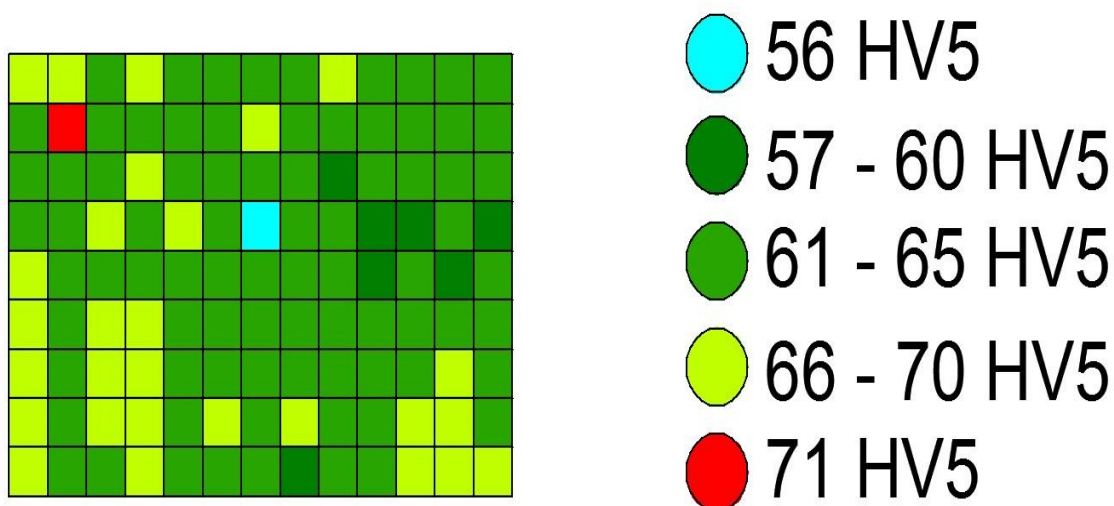


Graf 1 - Rozložení tvrdosti v podélném a příčném směru v závislosti na počtu průchodů

10.5 Výsledné tvrdosti na vzorcích po 2. a 3. průchodu – kolmý směr

Důkladné měření tvrdosti bylo provedeno na vzorcích z příčného řezu, tyto hodnoty jsou důležité pro další výzkum.

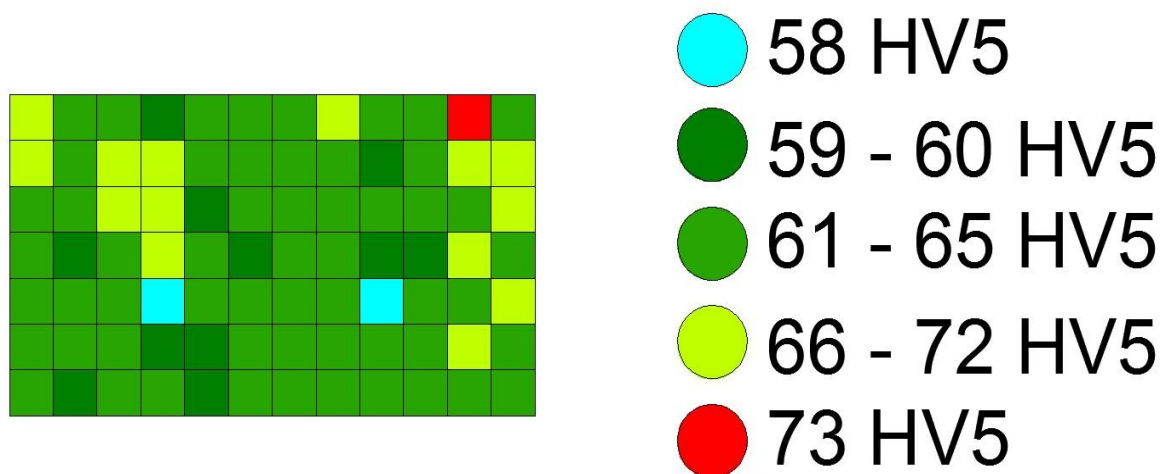
U vzorku příčného řezu slitiny AZ31_2R byly vpichy odstupňovány po 1 mm. Na obr. 37 je uvedeno rozložení tvrdosti v kolmém směru po 2. průchodu nástrojem ECAP.



Obr. 37 - Schéma rozložení tvrdosti u vzorku po 2. průchodu, příčný řez

Průměrná hodnota tvrdosti po druhém průchodu nástrojem ECAP slitiny AZ31_2R byla stanovena **63,779 HV5**.

Při měření tvrdosti na vzorku AZ31_3R byla použita metodika obdobná jako při zkoušení AZ31_2R. Schéma viz. obr. 38.



Obr. 38 - Tvrdost změřená na vzorku AZ31_3R

Na obr. 38 můžeme vidět rozložení tvrdosti na vzorku po 3. průchodu. Průměrná hodnota získané tvrdosti byla zjištěna jako hodnota **62,931 HV5**.

Ze získaných schémat rozložení tvrdosti lze usoudit, že mezi 2. a 3. průchodem není ve změně tvrdosti významný rozdíl. Při rozboru vývoje tvrdosti je patrné, že v průběhu protlačování dochází k mírnému poklesu tvrdosti, tento pokles by mohl být způsoben odpevněním a zotavovacími procesy, které mohou v materiálu nastat z důvodu jeho ohřevu v průběhu experimentu. V okrajové části vzorků můžeme pozorovat mírně vyšší hodnoty tvrdosti, tyto tvrdosti lze připsat působení šroubovice v horizontálním kanálku. Šroubovice vyvolává větší deformaci právě v okrajové části.

Důkladné měření tvrdosti pro 2. a 3. průchod bylo realizováno z důvodu předpokladu hlavního rozvoje zjemňování zrna. V literatuře se uvádí, že právě do 3. průchodu se nejvíce realizuje proces zjemnění.

Dosažené průměrné hodnoty tvrdosti ve výchozím stavu u slitiny AZ31 a WE43 v měřených částech polotovaru viz tab.10.

Tab. 10 Průměrná hodnota tvrdosti ve výchozím stavu pro slitiny AZ31 a WE43

	K1	K2
AZ31	69,206	55,984
WE43	71,114	70,243

11 HODNOCENÍ DOSAŽENÉ STRUKTURY

K metalografickému pozorování studovaných materiálů byly použity stejné vzorky připravené pro stanovení tvrdosti.

Při přípravě vzorků byly použity tyto stroje:

- Struers Labopress 1 – lis na vzorky
- Struers Epovac – vakuování stroj
- Kotoučové brusky *Metasinx*
- Struers Lectropol – Elektromechanické leštění

K přípravě vzorků výše uvedených slitin bylo použito následujícího metalografického postupu. Vzorky byly zalisovány do bakelitu a dále zpracovány následujícím postupem.

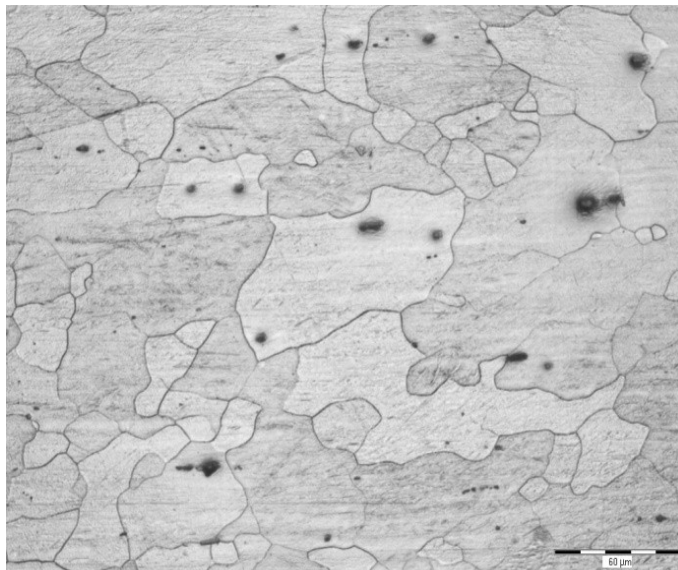
Broušení se provádělo na laboratorních kotoučových bruskách *Metasinx* za použití brusných papírů na bázi **SiC** o drsnostech 600, 800, 1200 a 1500. Broušení probíhalo za mokra, vzorky byly při přechodu na vyšší zrnitost vždy pootočený o 90 °, aby bylo zajištěno rovnoměrné obroušení povrchu.

Poté následovalo leštění na jemném zeleném suknu, které bylo vlhčeno suspenzí na bázi Al_2O_3 . Během leštění bylo pohybováno vzorkem proti směru otáčení leštícího kotouče, aby se zajistilo co nejúčinnější doleštění zkoumané plochy. Po ukončení leštění byly vzorky důkladně opláchnuty proudem vody a vzápětí alkoholem. Poté byly vzorky osušeny horkým vzduchem.

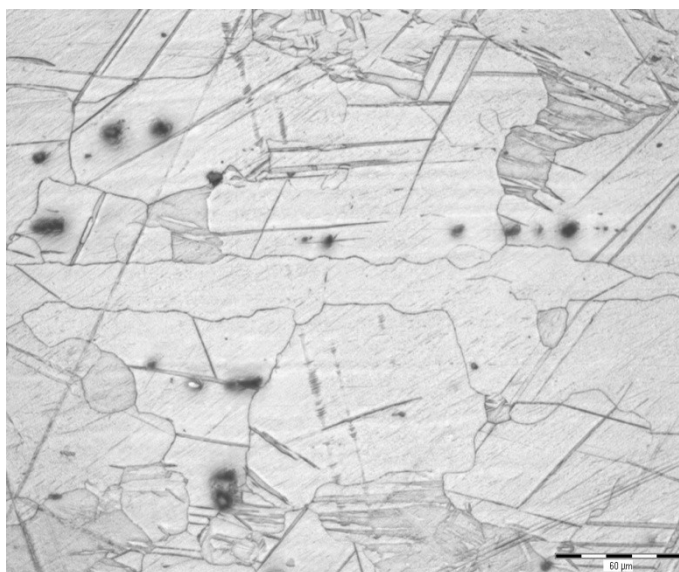
K leptání zředěného, 3 % roztoku **Nitalu**, čas ponoření se pohyboval od 5 do 10 sekund. Po vytažení z roztoku byl vzorek pečlivě omyt a osušen horkým vzduchem.

Takto připravené vzorky byly pozorovány na optickém mikroskopu **NEOPHOT 2**

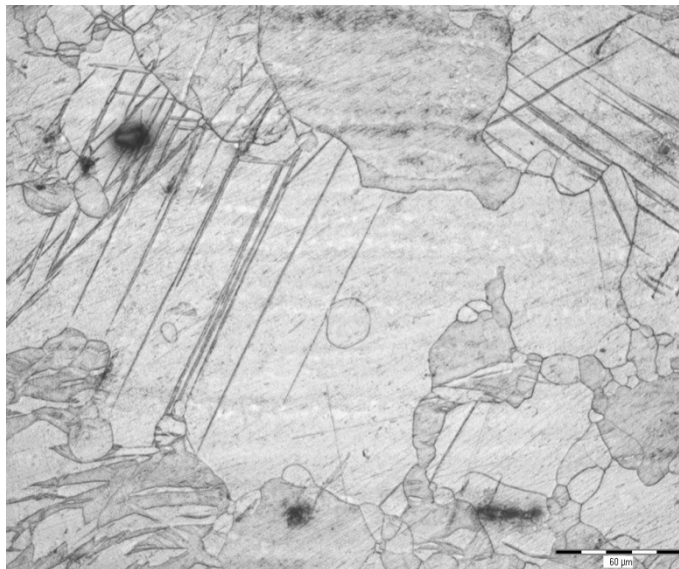
Struktury výše uvedených vzorků jsou zobrazeny na obr. 39 - 48.



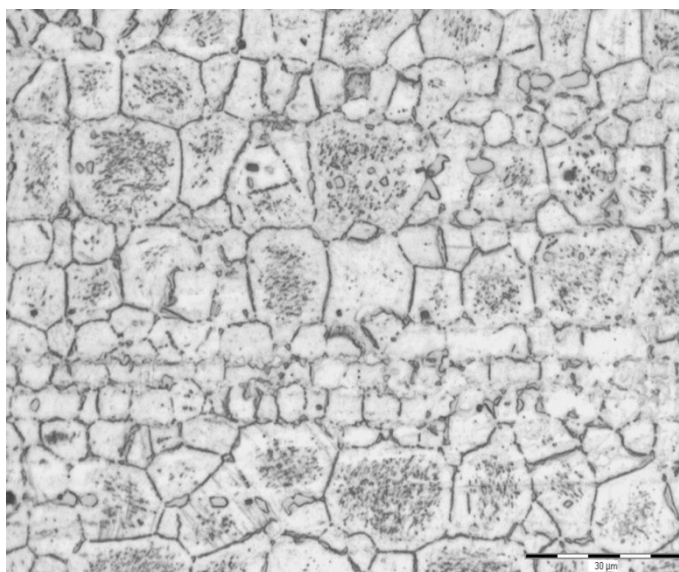
Obr. 39 - Struktura slitiny AZ31_K1(výchozí stav), okraj vzorku, zvětšeno 200 x, velikost zrna G 8



Obr. 40 - Struktura slitiny AZ31_K1 (výchozí stav), střed vzorku, zvětšeno 200 x, velikost zrna G 6-7



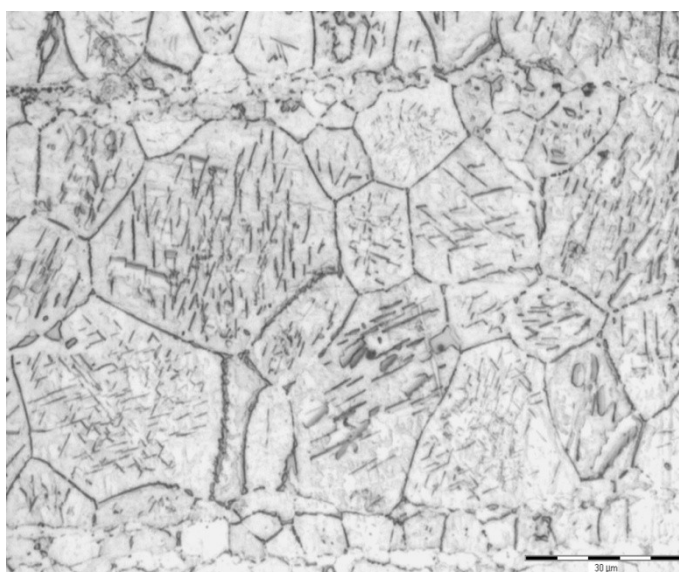
Obr. 41 - Struktura slitiny AZ31_K1 (výchozí stav), kraj ke středu velkého vzorku, zvětšeno 200 x, Velká zrna G 4, malá zrna G 10



Obr. 42 - Struktura slitiny WE43_K1 (výchozí stav), kraj velkého vzorku, zvětšeno 500 x, velikost zrna G 10

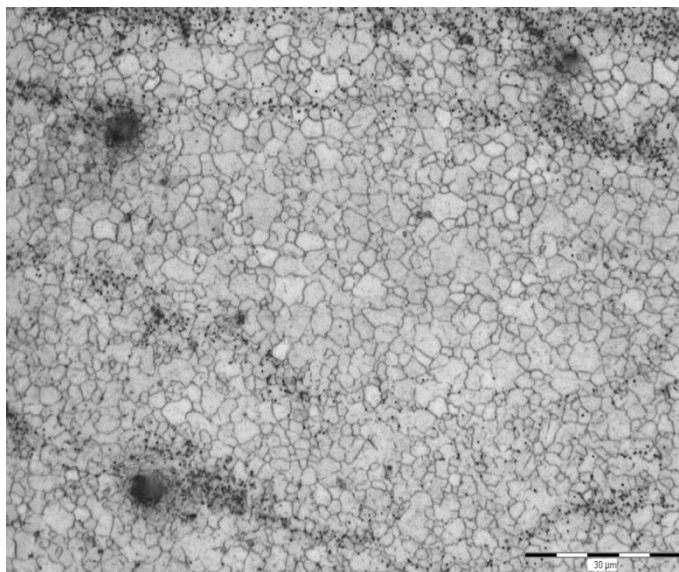


Obr. 43 - Struktura slitiny WE43_K1 (výchozí stav), střed vzorku, zvětšeno 500 x, velikost zrna G10

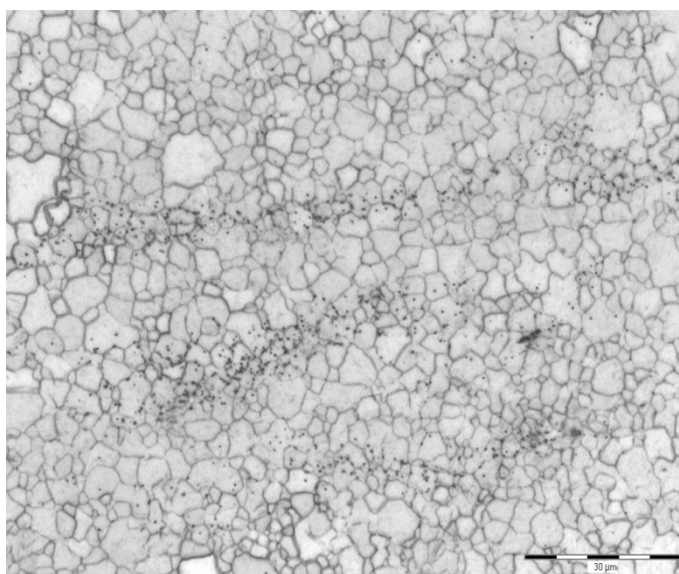


Obr. 44 - Struktura slitiny WE43_K1 (výchozí stav), kraj ke středu velkého vzorku, zvětšeno 500 x, velká zrna G 8, malá zrna G 11-12

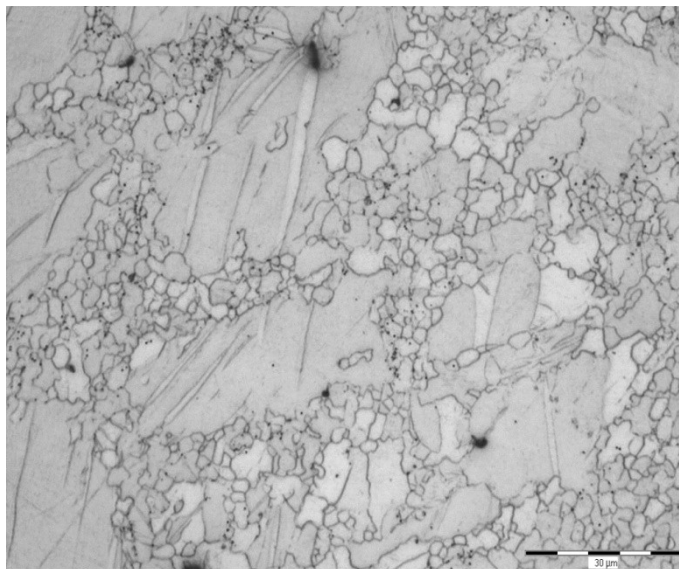
Ze vzorků odebraných po protlačení byla výše uvedeným postupem zjištěna struktura, ta byla určena pro podélný a kolmý řez 2. a 3. průchodu.



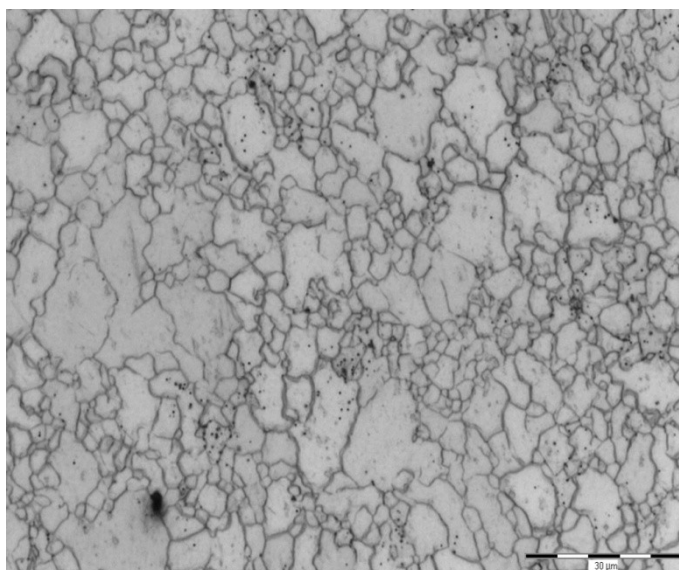
Obr. 45 - Slitina AZ31_2P (2. průchod), zvětšeno 1000 x, velikost zrna dle ČSN EN ISO 643 G 6



Obr. 46 - Slitina AZ31_3P (3. průchod), zvětšeno 1000 x, velikost zrna dle ČSN EN ISO 643 G 6



Obr. 47 - Slitina AZ31_2R (2.průchod), zvětšeno 1000 x, velikost zrna dle ČSN EN ISO 643 G 6



Obr. 48 - Slitina AZ31_3R (3.průchod), zvětšeno 1000 x, velikost zrna dle ČSN EN ISO 643 G 5-6

Z rozboru struktur výchozích stavů studovaných slitin na obr. 39-44 je možno usuzovat, že struktury jsou tvořeny nepravidelnými zrny tuhých roztoků příměsových prvků rozpuštěných v hořčíkové matici.

V případě slitiny AZ31 je velikost zrn značně větší nežli u slitiny WE 43, jejich velikost se mění a je značně rozdílná podle polohy po průřezu tyče. V některých částech je možno identifikovat dvojčata.

V případě slitiny WE 43 je zrno jemnější a jejich nehomogenita menší. U této slitiny není vyloučená existence precipitátů intermetalických fází, zejména v oblasti hranic zrn, které je možno obtížně verifikovat světelnou metalografií. V dalších výzkumných pracích bude výchozí stav slitiny WE 43 ověřován pomocí TEM.

U obr. 45-48 slitiny AZ31 po průchodech ECAP lze oproti výchozímu stavu pozorovat podstatné zjemnění zrn, včetně jejich rovnoměrnější velikosti. Tímto prokázána efektivita nové geometrie nástroje ECAP.

ZÁVĚR

V teoretické části předložené bakalářské práce jsem se zaměřil na problematiku zjemňování zrna a provedl jsem rešerši technologií využívající extrémní plastickou deformaci pro docílení jemnozrné struktury, podrobněji jsem se zabýval technologií ECAP, která byla vybavena novým nástrojem tvaru šroubovice.

V praktické části bylo provedeno experimentální protlačení obou zadaných hořčíkových slitin na zařízení ECAP. Na vzorcích odebraných po protlačení bylo provedeno měření tvrdosti HV5 za účelem zjištění homogenního rozložení tvrdosti. Měření tvrdosti bylo provedeno také na vzorcích ve výchozím stavu. Vývoj tvrdosti byl následně porovnán. V poslední části této práce jsem provedl vyhodnocení dosažené struktury a její porovnání mezi výchozím stavem a strukturou po 2. a 3. průchodu nástrojem ECAP.

Z dosažených výsledků můžeme vyvodit následující závěry:

- Tvrdost na vzorcích slitiny AZ31 ve výchozím stavu vykazuje značnou heterogenitu rozložení v jednotlivých částech polotovaru použitého pro experimenty.
- Tvrdost ve výchozím stavu u slitiny WE43 byla vyšší než v případě slitiny AZ31.
- Tvrdost po 2. a 3. průchodu se výrazněji nelišila, můžeme konstatovat, že se mírně snížila. Toto snížení mohlo být způsobeno ohřevem vzorků a následným odpevňovacím a zotavovacím procesům, které by měli nastat v průběhu protlačování.
- Hodnoty tvrdosti v podélném a příčném směru vykazují srovnatelné velikosti.
- Při posuzování struktury se nám potvrdilo, že WE-slitina by měla dosahovat vyšších hodnot tvrdosti, jelikož má menší velikost zrna v porovnání se slitinou AZ31.
- Z provedené metalografické analýzy u slitiny AZ31 můžeme jednoznačně usuzovat, že v průběhu procesu ECAP bylo skutečně dosaženo podstatného zjemnění struktury včetně rovnoměrného rozložení zrn.

V další části výzkumných prací se zaměřím na vliv tepelného zpracování výchozího stavu obou slitin a optimalizaci teploty procesu ECAP z hlediska dosažení maximální efektivity, tzn. snížení počtu průchodů tvářecím nástrojem pro dosažení potřebného zjemnění zrna.

Byla jednoznačně prokázána vhodnost použití nového typu tvářecího nástroje pro výrobu UFG materiálů na bázi Mg slitin.

Poděkování

Hlavní poděkování patří vedoucímu mé bakalářské práce panu prof. Ing. Stanislavu Ruszovi, CSc., dále bych chtěl poděkovat doc. RNDr Lubomíru Čížkovi, CSc., prof. Dr. hab. Inz. Janu Dutkiewiczowi, Ph. D., D.Sc., Ing. Michalu Salajkovi a Ing. Stanislavu Tylšarovi za odborný dohled a pomoc při realizaci experimentů a vyhodnocení výsledků.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] ČECH, J., JUŘIČKA I., BOUCNIK, P. *POUŽITÍ HOŘČÍKOVÝCH SLITIN VE SLEVÁRENSTVÍ* [online]. 2002, 6 s., 3.1.2004 [cit. 2012-04-23]. Dostupné z: http://www.explat.cz/files/pouziti_mg_slitin_ve_slevarenstvi.pdf.
- [2] KRUMML, T., MICHEL, J.-P. *KRYSTALOVÁ STRUKTURA PEVNÝCH LÁTEK* [online]. Brno, 2009, 49 s., 30.1.2009 [cit. 2012-04-23]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/vyuka/WDD/krystalografie09.pdf>.
- [3] LOSERTOVÁ, M. *Úvod do nauky o materiálu* [online]. OSTRAVA, 2007, s 7., 4.6.2008 [cit. 2012-04-23]. Dostupné z: http://katedry.fmmi.vsb.cz/637/soubory/KovyI_Mg.pdf.
- [4] ZRNÍK, J.; et al. *Evropská strategie výrobních procesů (4): Příprava ultrajemnozrnných a nanokrystalických kovových materiálů extrémní plastickou deformací a jejich vlastnosti*. Ostrava: Repronis, 2007. 76 s. ISBN 978-80-7329-153-2.
- [5] ZHU, T.Y., LANGDON, T.G. *The Fundamentals of Nanostructured Materials Processed by Severe Plastic Deformation*, JOM, Oct. 2004, 58 s.
- [6] *Fyzikální základy vědy o materiálu* [online]. 1.11.2006 [cit. 2012-05-17]. Dostupné z: <http://www.ped.muni.cz/wphy/fyzvla/index.htm>
- [7] RUSZ, S. *MODERNÍ METODY VE TVÁŘENÍ: sylaby* [online]. 2009, 25 s., 9.7.2009 [cit. 2012-04-23]. Dostupné z: http://www.345.vsb.cz/KE%20vyuka/Rusz/Moderni_metody_ve_tvareni_sylaby.pdf
- [8] MACEK, K., ZUNA, P. *Nauka o materiálu I*. Praha: SNTL, 1984. 120 s., 04-226-84.
- [9] PETRUŽELKA, J. *TEORIE TVÁŘENÍ I: 3.verze* [online]. 2010, 185 s., 18.3.2010 [cit. 2012-04-23]. Dostupné z: <http://www.345.vsb.cz/jiripetruzelka/Texty/TTI10.pdf>
- [10] HRUBÝ, J., RUSZ S., ČADA R.; *Strojírenské tváření*. Ostrava: VŠB-TUO, 2006, 160 s. ISBN 80-248-1218-5.
- [11] ZHILYAEV, A.P., LEE, S., NURISLAMOVA G.V., VALIEV R.Z., LANGDON, T.G. *MICROHARDNESS AND MICROSTRUCTURAL EVOLUTION IN PURE NICKEL DURING HIGH-PRESSURE TORSION*. 2001 6 s. S1359-6462(01)00955-1.
- [12] RICHERT, M., PETRYK, H., STUPKIEWICZ, S.; *GRAIN REFINEMENT IN AlMgSi ALLOY DURING CYCLIC EXTRUSION-COMPRESSION: EXPERIMENT AND MODELLING*. KRAKÓW, Oct. 2006, 6 s.
- [13] [http://www.bwe.co.uk/admin/data/pictures/\(A\)-SGR.jpg](http://www.bwe.co.uk/admin/data/pictures/(A)-SGR.jpg) [online]. 1997, Březen 2002 [cit. 2012-05-13]. Dostupné z: [http://www.bwe.co.uk/admin/data/pictures/\(A\)-SGR.jpg](http://www.bwe.co.uk/admin/data/pictures/(A)-SGR.jpg)

- [14] Rusz, S., et al. Zefektivnění procesu vícenásobné plastické deformace. *METAL 2008* [online]. VŠB – TU Ostrava, Czech Republic, 2008, [cit. 2012-05-17]. č. 5., 8 s.
Dostupné z: <http://www.nanotechnologie.cz/storage/Rusz.pdf>
- [15] Kedroň, J., et al. Simulace protlačování slitin Al nástrojem ECAP s upravenou geometrií a porovnání s experimenty. *NANOCON 2010* [online]. VŠB – TU Ostrava, Czech Republic, 2010, [cit. 2012-05-17].
Dostupné z:
http://www.nanocon.cz/files/proceedings/nanocon_10/lists/papers/503.pdf
- [16] MORISHIGE, T., HIRATA, T., UESUGI, T., TAKIGAWA, Y., TSUJIKAWA, M. and HIGASHIA, K. Effect of Mg content on the minimum grain size of Al-Mg alloys obtained by friction stir processing, *Scripta Materialia*, 64 (2011), p. 355-358
- [17] YANGA, Y.Q., LIA, B.C. and ZHANGA, Z.M. Flow stress of wrought magnesium alloys during hot compression deformation at high temperatures, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 499, Issues 1-2, 2009, p. 238-241